



Influence des interactions eau-roche sur le comportement à long terme de cavités souterraines dans la craie

Ha Dat Nguyen

► To cite this version:

Ha Dat Nguyen. Influence des interactions eau-roche sur le comportement à long terme de cavités souterraines dans la craie. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole des Ponts ParisTech, 2009. Français. NNT : 2009ENPC0919 . pastel-00517735

HAL Id: pastel-00517735

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00517735>

Submitted on 15 Sep 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THESE

Présenté pour obtenir le diplôme de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES

Spécialité : **Géotechnique**

Présenté par

Ha Dat NGUYEN

Influence des interactions eau-roche sur le
comportement à long terme de cavités souterraines
dans la craie

Soutenue publiquement le **16 décembre 2009** devant le jury composé de

Christian SCHROEDER
Jian Fu SHAO
Jean-François THIMUS
Farid LAOUAFA
Vincenzo DE GENNARO
Pierre DELAGE

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Directeur de thèse

À mes parents, Rung et Chiên

À mes sœurs, Thắng et Vinh

À ma femme, Hà

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Vincenzo De Gennaro qui a accepté de me diriger depuis mes études de recherche de Master. Sa rigueur scientifique, son enthousiasme et ses encouragements constants ont permis l'accomplissement de ce travail. De même, j'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur Pierre Delage pour avoir accepté d'être directeur de ma thèse, et je tiens à le remercier vivement pour ses précieux conseils, ses suivis et sa disponibilité tout au long de cette thèse.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Monsieur Christian Schroeder qui m'a fait l'honneur de s'intéresser à ce travail et d'accepter de présider le jury. Je remercie aussi les rapporteurs, Monsieur Jian Fu Shao, Professeur à l'Université de Lille 1, ainsi que Monsieur Jean-François Thimus, Professeur à l'Université Catholique de Louvain, pour leurs commentaires sur le mémoire et leurs critiques constructives.

Je remercie chaleureusement Messieurs Farid Laouafa, Jean-Bernard Kazmierczak et Madame Claudia Sorgi pour avoir encadré et suivi mon travail avec intérêt. Je tiens aussi à remercier Messieurs Mehdi Ghoreychi, Christophe Didier et Jean-Michel Pereira qui ont fourni une aide précieuse par les nombreuses discussions lors des réunions d'avancement de thèse.

Je remercie également Mesdames Karine Moirez, Dominique Barrière, Marine Daniel, Mlle Armelle Fayol et Messieurs Emmanuel De Laure, Xavier Boulay, Jérémy Thiriat, Alain Jeandillou, Patrice Delalain, pour leurs grands supports techniques et administratifs.

Je remercie sincèrement Elody, Viêt et mon collègue Nicolas pour des corrections en français lors de la rédaction de mon mémoire.

Je remercie profondément tous mes amis qui m'ont épaulée pendant des années de doctorat, notamment Quan, Sahar, Siavash, anh Minh, anh Tinh, anh Trung, Grégoire, Cloé, Viêt, Ninh et anh Linh.

Un amical remerciement à tous les membres de l'équipe géotechnique du laboratoire Navier, le CERMES et de l'INERIS pour leur soutien et leur bonne humeur qui ont assuré le bon déroulement de ce travail.

Remerciements

Avant d'en finir, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance envers anh Tuyen et chi Trang qui m'ont hébergé et supporté avec un sens de l'hospitalité infailible depuis mon arrivé en France.

Un dernier remerciement chaleureux pour ma femme, Hà, mes parents, Rung et Chiên, mes sœurs, Thắng et Vinh, et tous mes proches qui m'ont toujours accordé soutien, confiance et encouragement.

Résumé

Influence des interactions eau-roche sur le comportement à long terme de cavités souterraines dans la craie

Le présent mémoire de thèse a pour but d'étudier le comportement visco-hydomécanique de la craie d'Estreux à la fois à l'échelle du site, de l'échantillon et de la microstructure dans le cadre du programme « vieillissement des massifs rocheux ». Premièrement, le suivi de l'instrumentation dans la carrière abandonnée d'Estreux a été réalisé à partir de février 2004. Le changement saisonnier mesuré dans la galerie avec ce suivi et en particulier l'hygrométrie (80% - 100%) a été reproduit pour les essais au laboratoire. Deuxièmement, une étude expérimentale a été menée sur les propriétés de rétention d'eau. Cette étude a montré que la variation d'humidité relative dans la carrière entre 80% et 100% pourrait saturer / désaturer la craie dans la galerie, au moins à la surface des piliers. C'est la raison pour laquelle, dans une troisième phase, la réponse mécanique de la craie partiellement saturée a été caractérisée à l'aide des essais oedométriques et triaxiaux à haute pression et à succion contrôlée. Le comportement visqueux de la craie a été également étudié par une campagne d'essai triaxial à différentes vitesses de chargement. Les résultats obtenus ont mis en évidence l'effet de la succion et de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique de la craie: comme la succion, l'augmentation de la vitesse de chargement provoque une expansion du domaine élastique. Quatrièmement, ces phénomènes ont fait l'objet d'une comparaison à l'échelle microscopique. Après une étude sur la définition d'un protocole sur des observations au microscope électronique à balayage environnemental (MEBE), un système de succion contrôlée du module de chargement de compression/traction Microtest (Deben ®) installé dans la chambre d'observation du MEBE, a été développé. Ce système a permis l'étude du comportement visco-hydomécanique de la craie à l'échelle microscopique. Finalement, ce comportement a été modélisé en développant dans l'espace triaxial le modèle RASTRA (Rate of STRAin model) de De Gennaro & Pereira (2008). Ce modèle a permis de simuler l'effet de la succion ainsi que l'effet du temps.

Mot-clés: craie, carrière, succion, courbe de rétention d'eau, comportement visco-hydomécanique, MEBE, microstructure, modélisation.

Abstract

Influence of water-rock interactions on the long-term behaviour of underground cavities in chalk

The present thesis aims to study the visco-hydro-mechanical behaviour of Estreux chalk through scale effects (in situ, the sample and the microstructure) for the research of “Aging phenomena of rock masses”. Firstly, one square pillar in Estreux abandoned underground mine has been continuously monitored since February 2004. These measurements allow reproducing the seasonal environmental changes (i.e. hygrometry ranges between 80 and 100%) for laboratory testing. Secondly, an experimental work on the water retention properties was performed. This study showed that changes of the relative humidity in the Estreux mine between 80% and 100% can generate important changes of the state of saturation of the Estreux chalk, at least at the surface of the pillar in contact with the relative humidity of the atmosphere. Therefore, in a third step the mechanical response of the partially saturated chalk has been characterized by running a series of high pressure controlled suction oedometer and triaxial tests. The viscous behaviour of the chalk has also been studied mainly by a campaign of triaxial test at different rates. The results showed the suction and rate effects on the mechanical behaviour of chalk: as the suction, the rate effect causes an expansion of the yield stress of chalk with increasing rate. Fourthly, these phenomena have been compared to the microscopic scale. After a study on the definition of a protocol on observations by an environmental scanning electron microscope (ESEM), a controlled suction system of a loading module compression / tensile Microtest (Deben ®) installed in the observation chamber of ESEM was developed. With this system, the visco-hydro-mechanical behaviour of chalk on a microscopic scale has been investigated. Finally, this behaviour was modelled by developing on triaxial space of RASTRA model (Rate if strain model) (De Gennaro & Pereira, 2008). This model was used to simulate both the suction and time effects.

Keywords: chalk, quarries, water retention, visco-hydro-mechanical behaviour, ESEM, microstructure, modelling.

Sommaire

INTRODUCTION	4
CHAPITRE 1: Contexte général et étude bibliographique de la craie	
1.1 Contexte général	7
1.2 Carrière d'Estreux	8
1.2.1 Description	8
1.2.2 Lithologie	9
1.2.3 Historique de l'étude	9
1.2.4 Mesures in situ	13
1.2.5 Synthèse sur le contexte de la carrière	17
1.3 Généralité sur la craie	18
1.3.1 Définition	18
1.3.2 Caractérisations physiques	18
1.3.3 Caractérisation microstructurale	20
1.3.4 Généralité sur le comportement mécanique de la craie	24
1.3.4.1 Influence de la porosité	28
1.3.4.2 Couplage hydromécanique	30
1.3.4.3 Effet du temps	36
1.3.5 Modèles de comportement pour la craie	42
1.3.5.1 Modèle de Papamichos et al. (1997)	43
1.3.5.2 Modèle BBM (Alonso et al., 1990)	44
1.3.5.3 Modèle RASTRA (De Gennaro & Pereira, 2008)	47
1.3.5.4 Synthèse sur le modèle du comportement de la craie	47
1.4 Conclusions	48
CHAPITRE 2 : Propriétés de rétention	
2.1 Introduction	51
2.2 Technique de contrôle de succion	52
2.2.1 Méthode par phase vapeur	52
2.2.1.1 Principe et dispositif	52
2.2.1.2 Etalonnage des capteurs	57
2.2.1.3 Résultat de la méthode par phase vapeur	60
2.2.2 Méthode osmotique	68
2.2.2.1 Principe et dispositif	68
2.2.2.2 Résultat de la méthode osmotique	70
2.3 Propriétés de rétention d'eau	71
2.4 Discussion	72
2.5 Conclusions	75
CHAPITRE 3 : Comportement visco-hydromécanique: étude expérimentale macroscopique	
3.1 Introduction	77
3.2 Essais oedométriques	77
3.2.1 Dispositif de l'oedomètre	77
3.2.1.1 Cellule oedométrique haute pression à succion contrôlée	77
3.2.1.2 Préparation des échantillons	78
3.2.1.3 Définition du chargement	79
3.2.2 Synthèse des résultats et discussions	80

3.2.2.1	Courbes de compressibilités	80
3.2.2.2	Comportement différé de la craie	84
3.2.3	Conclusions	89
3.3	Essais triaxiaux	90
3.3.1	Dispositif de l'essai	90
3.3.1.1	Cellule triaxial haute pression	90
3.3.1.2	Système de capteur LVDT	91
3.3.1.3	Système expérimental	92
3.3.2	Procédure de l'essai	94
3.3.2.1	Préparation de l'échantillon	95
3.3.2.2	Procédure du montage de l'essai	96
3.3.3	Méthodologie d'étude et programme d'essai	97
3.3.3.1	Méthodologie d'étude	97
3.3.3.2	Programme d'essai	99
3.3.4	Synthèse des résultats sur le comportement hydromécanique	101
3.3.4.1	Essai isotrope	101
3.3.4.2	Essai déviatorique	102
3.3.4.3	Surface de charge	107
3.3.4.4	Discussion	110
3.3.5	Synthèse des résultats sur le comportement visqueux	114
3.3.5.1	Essai isotrope	114
3.3.5.2	Essai déviatorique	116
3.3.5.3	Surface de charge	119
3.3.5.4	Discussion	120
3.3.6	Conclusions	123
CHAPITRE 4 : Comportement visco-hydro-mécanique: étude expérimentale microscopique		
4.1	Introduction	126
4.2	MEBE	126
4.2.1	Généralité	126
4.2.2	Principe du MEBE	128
4.2.3	Platine de refroidissement ou platine Peltier	130
4.2.4	Cellule de compression/traction uniaxiale – Microtest	131
4.3	Observations d'échantillon soumis à sollicitations hydriques	132
4.3.1	Protocole	135
4.3.2	Résultats et discussions	137
4.4	Essai compression simple dans le MEBE	156
4.4.1	Préparation de l'échantillon	156
4.4.2	Résultats et discussion	157
4.5	Développement d'un système pour le contrôle de la succion dans le MEBE	162
4.5.1	Développement d'un système de contrôle de la température	162
4.5.2	Résultats et discussions	164
4.6	Conclusions	169
CHAPITRE 5 : Modélisation du comportement de la craie		
5.1	Introduction	172
5.2	Simulations par le modèle de Barcelone- BBM (Alonso et al., 1990)	172
5.2.1	Chemin de chargement	172
5.2.2	Détermination des paramètres du modèle	173

5.2.3	Simulations	174
5.2.4	Synthèse sur le modèle de Barcelone	176
5.3	Développement d'un modèle visco-hydromécanique	176
5.3.1	Comportement élastique	178
5.3.2	Surfaces de charge	178
5.3.3	Déformation viscoplastique	179
5.4	Détermination des paramètres	180
5.5	Validation du modèle	181
5.5.1	Essais isotropes	181
5.5.2	Essais déviatoriques	183
5.6	Application au cas de la carrière souterraine	185
5.7	Conclusions	187
CONCLUSIONS GENERALES		189
REFERENCES		192

Introduction

L'effondrement des carrières souterraines déjà exploitées ou toujours en cours d'exploitation peut constituer une menace pour la population mais aussi des enjeux économiques. Plusieurs études ont été menées pour évaluer le comportement des massifs rocheux composant les carrières souterraines puisque le comportement mécanique de ces roches dépend de leur nature multiphasique et de l'interaction entre l'eau, l'air et le squelette du matériau rocheux.

Cette thèse s'inscrit dans la seconde phase du programme de recherche BCRD-DRS-05-02 (AP2006) coordonnées par la Direction des Risques du Sol et du Sous-Sol de l'INERIS en collaboration avec l'équipe géotechnique (CERMES) de l'UR Navier (Ecoles des Ponts ParisTech). Ce programme porte sur l'étude de l'interaction eau-roche en relation au vieillissement et la perte de résistance des massifs rocheux souterrains de craie. Elle comporte une étude à la fois à l'échelle du site, de l'échantillon et de la microstructure. Il s'agit de travaux à la fois expérimentaux (essai in situ et en laboratoire) et théoriques (modélisation et simulation numérique). La carrière souterraine peu profonde (-20 m) d'Estreux (Département du Nord, France) a été choisie comme site de référence.

Le comportement de la craie a fait l'objet de plusieurs recherches expérimentales, théoriques et numériques au sein de l'UR Navier Géotechnique (CERMES) (Pasachalk 1, 2001, Pasachalk 2, 2004, Priol, 2005). Ces recherches ont utilisé initialement les concepts et les techniques développés pour les sols non saturés. Le comportement des craies pétrolifères du gisement Ekofisk en Mer du Nord a été interprété en terme de couplages hydromécaniques associés aux changements de saturation en eau et huile (Delage et al., 1996).

Dans ce contexte, par une démarche similaire enrichie par l'analyse de l'effet du temps et de la microstructure, la craie de la carrière d'Estreux a été récemment instrumentée afin de mieux comprendre son comportement mécanique à court terme et à long terme. Les données in situ de cette carrière ont été reproduites comme celles en laboratoire. Cette craie a été étudiée en considérant les couplages hydromécaniques se produisant dans la craie in situ.

Ce rapport de thèse s'articule autour de cinq chapitres. Dans un premier temps, l'analyse des données enregistrées sur le site et l'état de l'art sur le sujet traité sont présentés.

Le deuxième chapitre est consacré à la définition des propriétés de rétention de la craie. Cette étude du potentiel d'échange d'eau de la craie d'Estreux a été réalisée à l'aide de la méthode

par phase vapeur et de la méthode osmotique. Un développement du dispositif expérimental pour la méthode par phase vapeur a été réalisé pour prendre en compte la déformation de l'échantillon au cours de l'essai. Les résultats montrent que la variation de l'humidité relative dans la carrière (entre 80% et 100%) peut complètement saturer/désaturer la craie. Il constitue donc un mécanisme additionnel à celui associé aux variations de la nappe phréatique.

L'étude expérimentale du comportement visco-hydro-mécanique de la craie en laboratoire (à l'échelle macroscopique) est présentée dans le troisième chapitre. Des cellules oedométriques et une cellule triaxiale haute pression à succion contrôlée ont été conçues spécifiquement pour cette étude. Les essais oedométriques et triaxiaux ont permis d'analyser l'effet du temps et de la succion air-eau sur le comportement hydromécanique de la craie

Une meilleure compréhension des mécanismes liés au comportement différé (viscosité) de la craie nécessite des recherches approfondies tant sur le plan physico-chimique que micro-mécanique. Le quatrième chapitre de la thèse est donc consacré à la définition d'un protocole pour réaliser des observations au microscope électronique à balayage environnemental (MEBE) (à température, hygrométrie et composition de l'atmosphère contrôlées) dont l'INERIS est équipé. Parallèlement à cela, l'étude du comportement visco-hydro-mécanique de la craie à l'échelle microscopique a été réalisée par le développement du système de succion contrôlée d'un module de chargement de compression/traction Micro-test (Deben ®) installé dans la chambre d'observation du MEBE.

Finalement, dans le chapitre cinq, un modèle élasto-viscoplastique, basé sur une extension du modèle de Barcelone (Alonso et al., 1990) a été proposé. Le modèle permet de prendre en compte l'effet combiné de la succion et du temps. Il a été utilisé pour analyser le comportement de la craie à partir des données de laboratoire obtenues et pour mieux interpréter certains phénomènes tel que la compaction instantanée et différée qui se produit quand la craie est soumise à un processus de saturation progressive à partir de l'état sec.

Chapitre 1 : Contexte général et étude bibliographique de la craie

Table de matière

1.1	Contexte général.....	7
1.2	Carrière d'Estreux	8
1.2.1	Description	8
1.2.2	Lithologie	9
1.2.3	Historique de l'étude	9
1.2.4	Mesures in situ	13
1.2.5	Synthèse sur le contexte de la carrière	17
1.3	Généralité sur la craie.....	18
1.3.1	Définition	18
1.3.2	Caractérisations physiques	18
1.3.3	Caractérisation microstructurale	20
1.3.4	Généralité sur le comportement mécanique de la craie.....	24
1.3.4.1	Influence de la porosité	28
1.3.4.2	Couplage hydromécanique	30
1.3.4.3	Effet du temps	36
1.3.5	Modèles de comportement pour la craie	42
1.3.5.1	Modèle de Papamichos et al. (1997)	43
1.3.5.2	Modèle BBM (Alonso et al., 1990).....	44
1.3.5.3	Modèle RASTRA (De Gennaro & Pereira, 2008)	47
1.3.5.4	Synthèse sur le modèle du comportement de la craie	47
1.4	Conclusions	48

1.1 Contexte général

Dans un objectif de développement durable et d'aménagement du territoire, une gestion optimale des zones à risque est indispensable. L'existence de carrières souterraines déjà exploitées ou en cours d'exploitation, pose légitimement la question de leur stabilité. L'évaluation du risque nécessite l'identification des mécanismes d'évolution des propriétés des massifs rocheux dans son environnement. En général, cette évolution est souvent lente et se traduit par des modifications de la structure et de la texture des roches, généralement imperceptibles à l'œil nu, qui peuvent affecter l'intégrité de la matrice rocheuse à court terme ainsi qu'à long terme. En effet, les massifs rocheux vieillissent, dans le sens où leurs propriétés mécaniques ou physico-chimiques se dégradent et diminuent progressivement avec le temps sous l'influence directe de l'atmosphère et de l'hydrosphère, à l'échelle microscopique et macroscopique.

Pour progresser dans la compréhension des mécanismes physiques et physico-chimiques à l'origine de la perte de la résistance de massifs rocheux souterrains, un programme de recherche financé par l'INERIS (Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques) et réalisé en collaboration avec l'UR Navier Géotechnique (CERMES, Ecole des Ponts ParisTech), le SDICS (Service Départemental d'Inspection des Carrières Souterraines du Nord), l'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire) a été réalisé afin de caractériser l'influence des interactions entre l'eau et la roche. La première phase de ce programme, portant sur l'étude des gypses de Grozon et de Livry-Gargan en laboratoire a permis de mettre en évidence la forte sensibilité de ces matériaux aux variations hydrométriques, facteur prépondérant dans des anciennes carrières (Auvray, 2003, Auvray et al., 2004). Malgré l'apport considérable de la caractérisation des massifs rocheux en laboratoire, il n'en demeure pas moins que les essais sont effectués sur des échantillons de petite taille avec lesquelles l'effet d'échelle est très délicat à appréhender. Par ailleurs, la durée d'un essai de fluage au laboratoire est infiniment plus faible que celle des sollicitations in situ (quelques minutes à quelques mois contre quelques décennies à quelques siècles). Ainsi, il nous est apparu indispensable d'initier la constitution d'une base de données sur le vieillissement réel d'une cavité en grandeur nature et conditions réelles.

La présente thèse s'inscrit comme seconde phase dans ce programme de recherche et comporte une étude à la fois à l'échelle du site, de l'échantillon et de la microstructure. La carrière souterraine de craie d'Estreux (Département du Nord, France) a été choisie comme

site de référence. Elle répondait aux exigences techniques et scientifiques nécessaires à la réalisation du programme (nature du matériau, localisation, contexte hydrographique...).

1.2 Carrière d’Estreux

1.2.1 Description

La carrière d’Estreux est située dans le Département du Nord en France, à environ 10 km à l’Est de Valenciennes (Figure 1-1). Elle occupe une grande superficie, d’environ 10 hectares, creusée principalement pour la fabrication de pierres de taille, à la fin du 18^{ème} siècle. La craie a été exploitée à 20 mètres de profondeur par la méthode par chambres et piliers. C’est la méthode d’exploitation la plus généralement utilisée et la plus ancienne. Il s’agit de creuser, à partir des puits d’accès, un réseau de galeries et des piliers qui permettent de soutenir le toit de la carrière et d’éviter des effondrements, du moins au cours de l’exploitation. En général, dans la carrière d’Estreux, la largeur des galeries varie entre 2 et 3 mètres et les piliers mesurent en moyenne entre 1,5 et 4,5 mètres de côté (Figure 1-2). Le taux de défrètement (rapport entre la surface exploitée et la surface totale) d’environ 78% est assez régulier. Une dizaine de puits remblayés ont été répertoriés sur l’ensemble de la carrière. Il existe, à l’heure actuelle, deux puits qui permettent l’accès au fond mais l’un a été récemment condamné à cause de visites régulières de la part de promeneurs imprudents. Il est important de noter que l’autoroute A2, reliant Paris – Bruxelles se trouve à cet endroit au-dessus de la carrière. De ce fait, les galeries ont été remblayées.

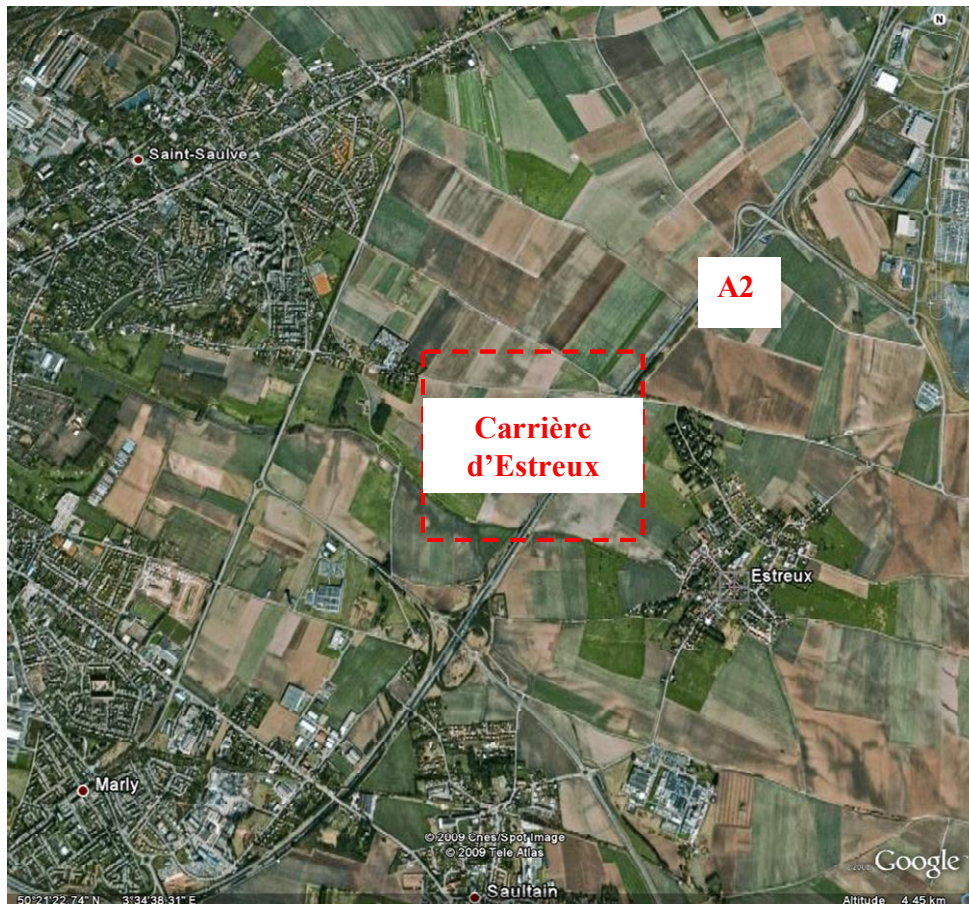


Figure 1-1: Localisation de la carrière d'Estreux

1.2.2 Lithologie

La coupe lithostratigraphique du recouvrement de la carrière d'Estreux est présentée dans la Figure 1-3. Elle comporte, du haut vers le bas quelques dizaines de centimètres de terre végétale; un mètre d'argile suivi par environ onze mètres de tuffeau, puis, la craie blanche et gris glauconieuse, qui repose, enfin sur des marnes argileuses imperméables. La nappe aquifère, enregistrée par le BRGM dans une zone située à quelques kilomètres de la carrière d'Estreux relève une variation du niveau de la nappe entre 19 et 27 mètres. Cependant, l'existence d'une faille entre ces zones, n'indique que 8 mètres d'écart de l'évolution régionale du niveau de la nappe.

1.2.3 Historique de l'étude

Au début des années 80, le CERCHAR, INERIS actuel, a mené une étude géotechnique de cette carrière afin de vérifier sa stabilité.

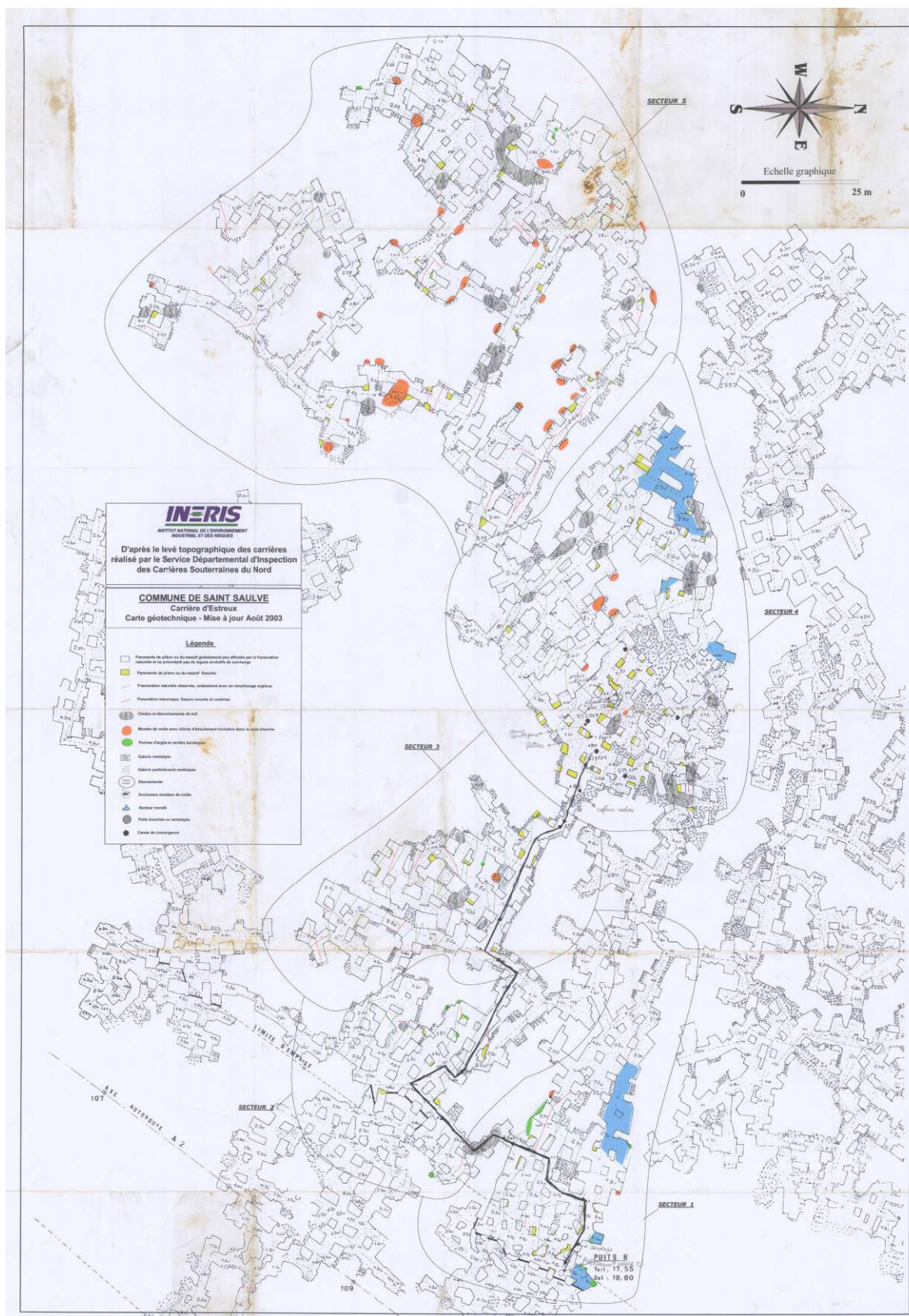


Figure 1-2: Schémas d'exploitation de la carrière d'Estreux

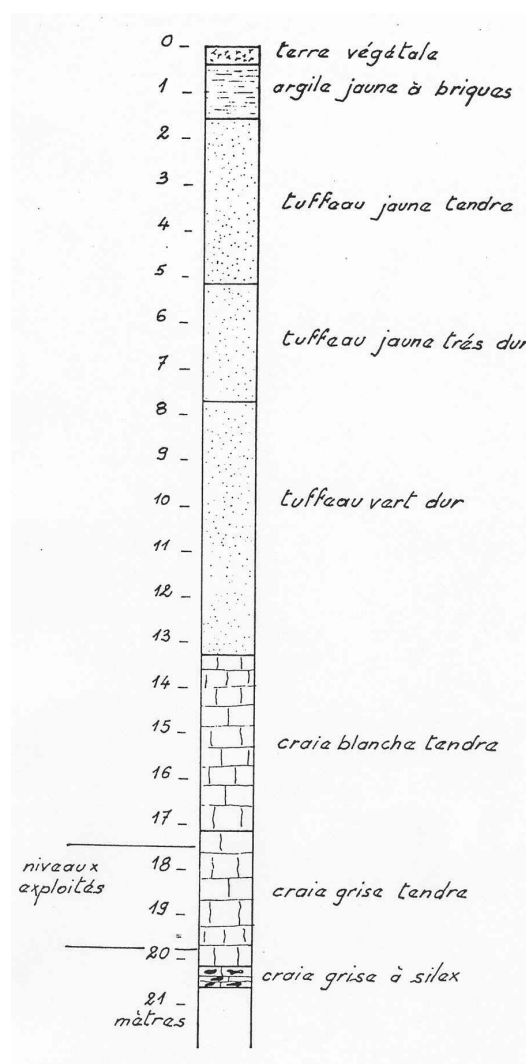


Figure 1-3: Lithostratigraphie de la carrière d'Estreux (Raffoux & Ervel, 1980)

Cette étude comprenait simultanément l'analyse de la dégradation des piliers (au laboratoire) et le relevé de la fracturation, des fissurations du toit et des montées de voûte (in situ). Au niveau des essais géomécaniques en laboratoire, plus d'une centaines d'échantillons ont été carottés pour une caractérisation mécanique (Raffoux & Ervel, 1980). La résistance à la compression uniaxiale de la craie d'Estreux est en moyenne de 10,3 MPa à l'état sec, et de 5,3 MPa à l'état saturé. Le module d'Young et le coefficient de Poisson ont été également déterminés (Tableau 1-1). A partir de ces caractéristiques et de la géométrie de l'exploitation, le coefficient de sécurité avait été évalué proche de 1 pour différentes zones de la carrière. La stabilité à long terme n'étant pas assurée, une surveillance du site a été jugée nécessaire. Quatre cannes de convergences ont été mises en place dans une zone sensible aux déformations. Malheureusement, un mauvais entretien de l'appareillage a rapidement conduit

au disfonctionnement des capteurs qui n'ont pas été remplacés. De plus, la perte des archives a rendu impossible la consultation des données relatives à cette instrumentation.

Tableau 1-1: Caractérisations mécaniques de la craie d'Estreux (Raffoux & Ervel, 1980)

Etat	Limite élastique (MPa)	Limite de rupture (MPa)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Sec	9	10,3	2,83	0,3
Saturé	4,6	5,3	1,61	0,3

Depuis août 2003, une nouvelle instrumentation de la carrière d'Estreux a été mise en place afin d'analyser l'évolution des massifs rocheux dans le temps. Un pilier carré de 1,4m de côté et 1,8m de hauteur, situé à environ 150 m du puits d'accès, a été instrumenté. En particulier, la température ambiante, du massif, l'hygrométrie, la pression interstitielle, les déformations, les émissions de radon ont été mesurées. Il est important de noter que trois capteurs de pression interstitielle associés à des capteurs de température ont été scellés à différentes profondeurs du pilier, respectivement à 15 cm, 35 cm et 70 cm. Le choix de l'instrumentation est décrit de façon plus détaillée dans le rapport de Sorgi (2004). La Figure 1-4 présente le schéma de l'ensemble de l'instrumentation mis en place dans la carrière d'Estreux.

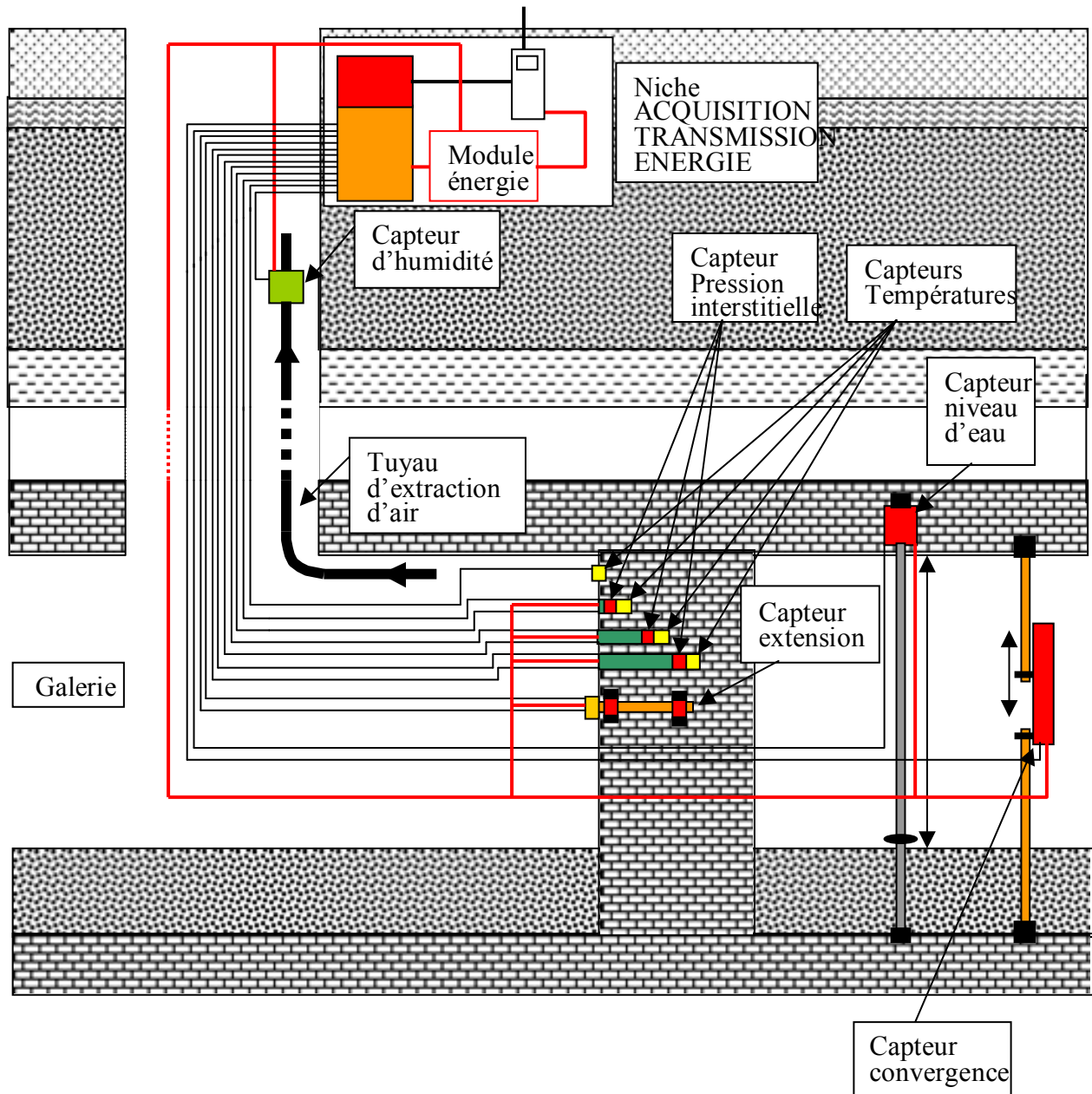


Figure 1-4: Schéma de l'ensemble de l'instrumentation du dispositif dans la carrière d'Estreux (Sorgi, 2004)

1.2.4 Mesures *in situ*

Les mesures *in situ* de la carrière d'Estreux, relevés du 11 février 2004 au février 2008, sont présentés de la Figure 1-5 à la Figure 1-10. Les mesures montrent le bon fonctionnement de l'instrumentation de l'ensemble du dispositif et la cohérence entre eux. Seul le capteur d'hygrométrie a donné des résultats flous à cause de problèmes de condensation et de son caractère résistif lorsque l'hygrométrie dépasse des valeurs de 95 %.

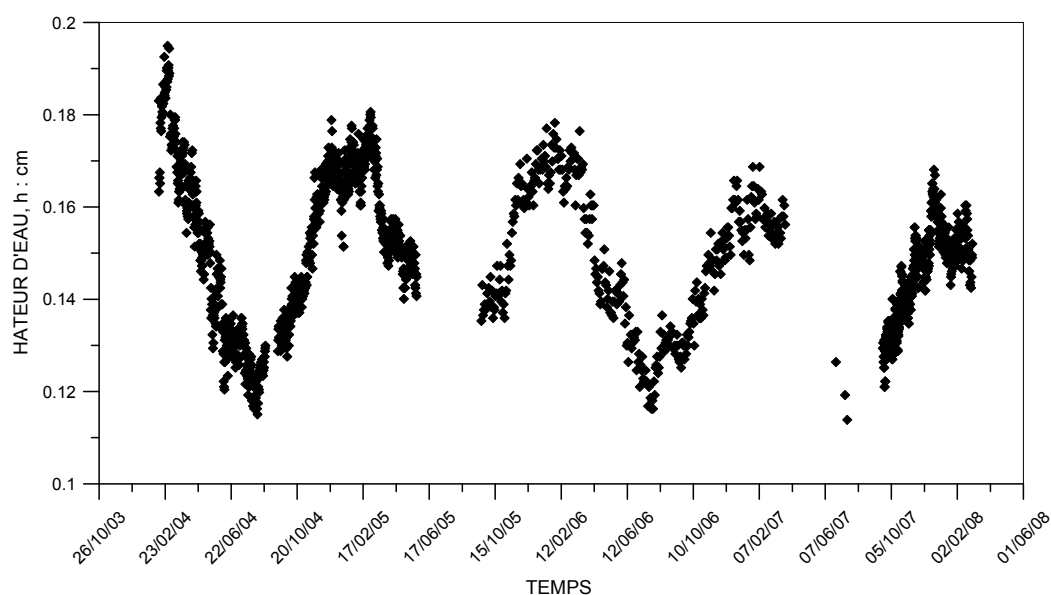


Figure 1-5: Evolution du niveau d'eau en cours de mesures

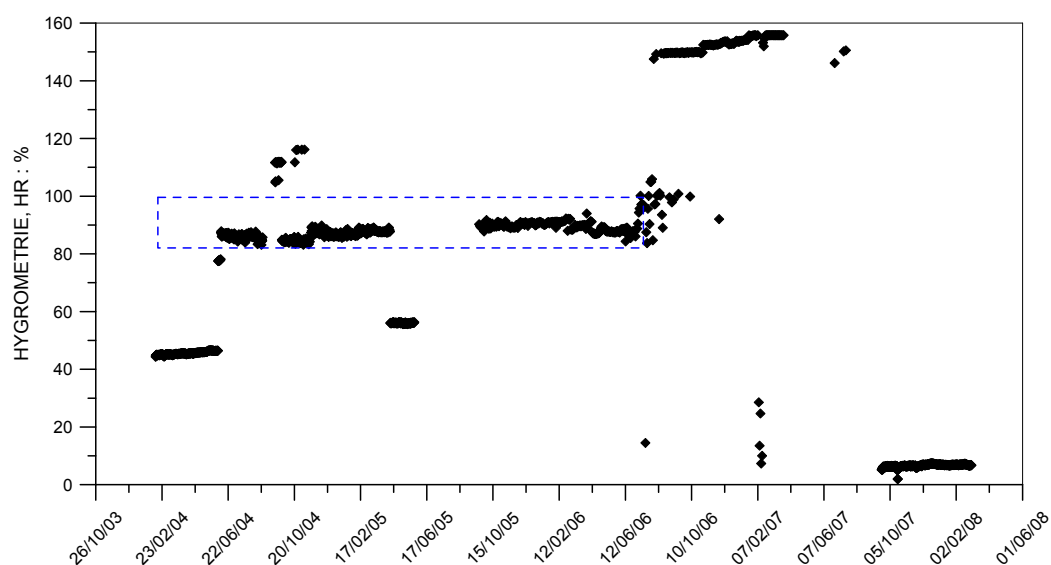


Figure 1-6: Evolution de l'hygrométrie en cours de mesures

Comme montré sur la Figure 1-6, l'hygrométrie a varié entre 85 % et 100 % jusqu'en juillet 2006. Cependant, à partir du 31 juillet 2006, le capteur d'hygrométrie a indiqué des valeurs inexploitables (l'hygrométrie est montée à 150 %, puis, est descendue à 7 %). C'est la raison pour laquelle, il est fortement recommandé de remplacer ce capteur afin d'appréhender les effets de la variation de l'humidité sur le massif rocheux. Quant au niveau d'eau, la courbe montre nettement la descente et la montée de la nappe aquifère suivant les saisons (Figure 1-5). Cette amplitude de la variation du niveau d'eau est faible, environ 0,025 cm. Au début du mois de juin de chaque année, le niveau d'eau monte et cela se traduit par la variation

d'hygrométrie dans la galerie et par les variations des extensions latérales dans le pilier (Figure 1-6, Figure 1-8).

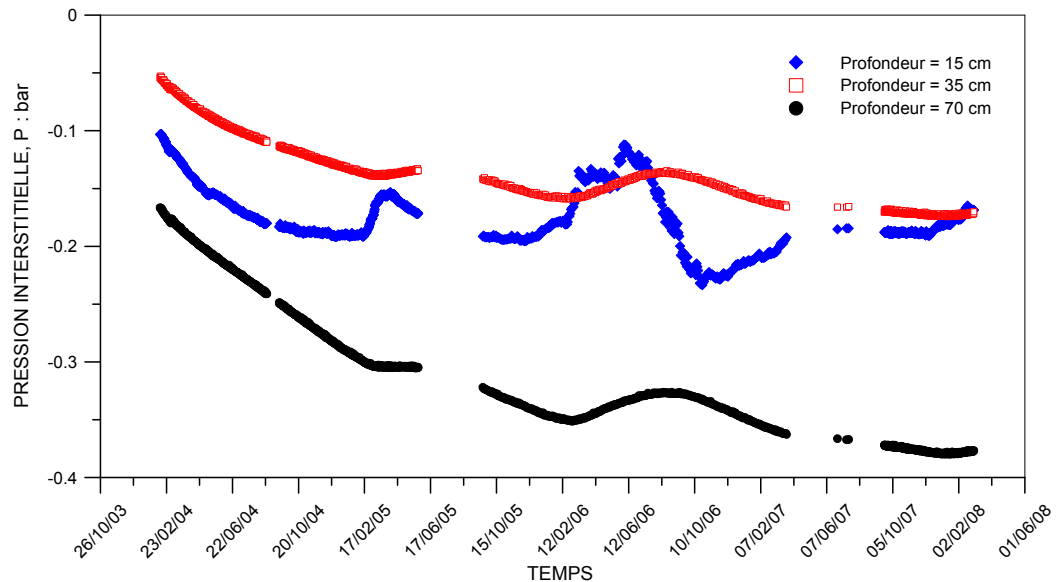


Figure 1-7: Evolution des pressions interstitielles à différentes profondeurs du pilier en cours de mesures

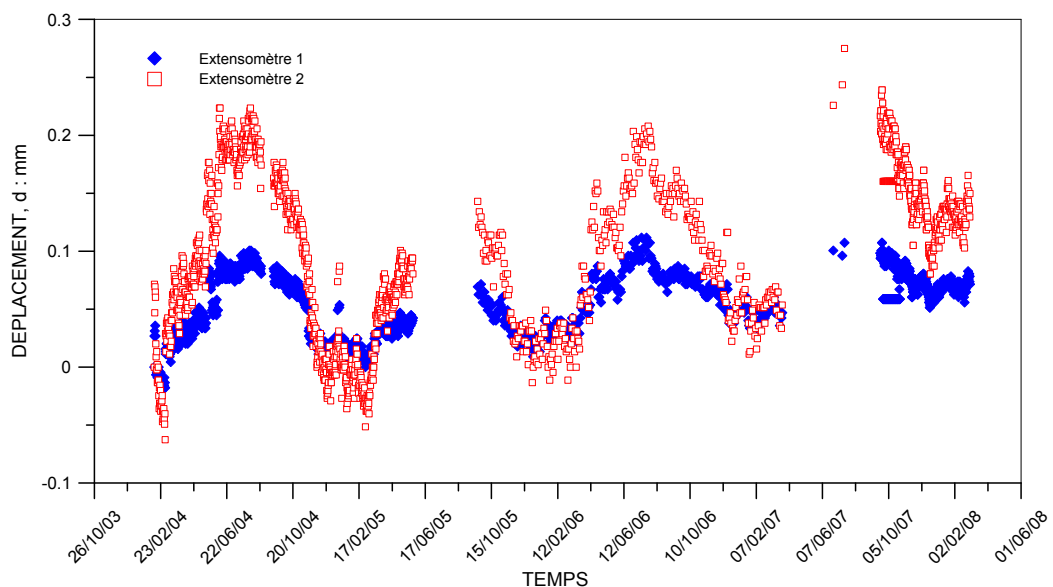


Figure 1-8: Evolution de deux extensomètres 1 & 2 en cours de mesures

Par contre, la température dans la galerie et dans le massif rocheux est indépendante des variations saisonnières (Figure 1-10). Nous avons constaté une baisse continue du niveau d'eau dans la galerie de la carrière, d'année en année. Cela se traduit par une diminution de la

valeur absolue des pressions interstitielles dans le pilier dans la gamme des valeurs négatives. Une succion se développe donc au sein du massif du pilier.

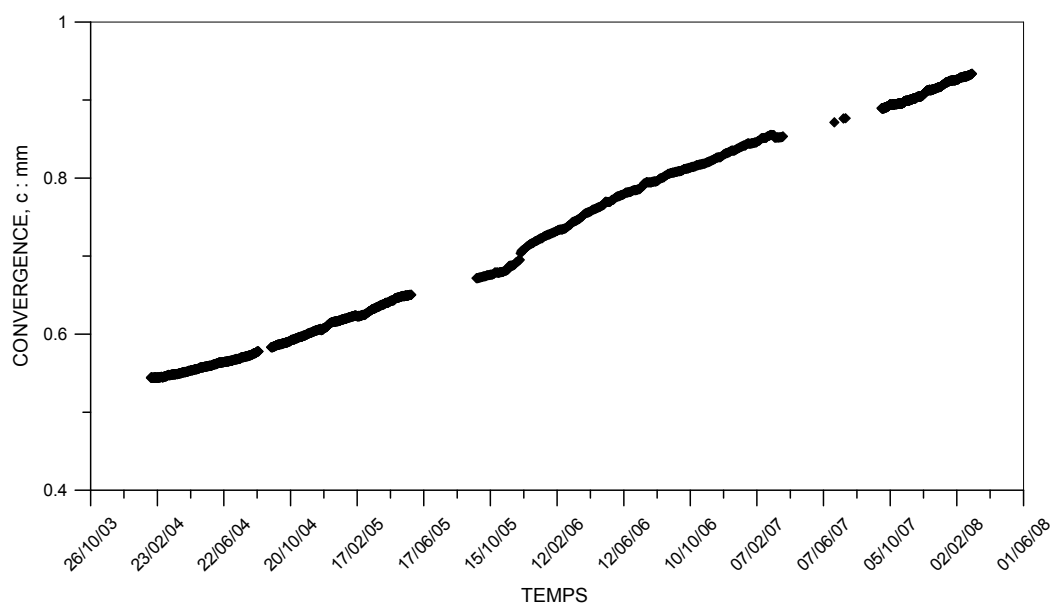


Figure 1-9: Evolution de la convergencemètre en cours de mesures

Le convergencemètre a montré que la convergence entre le toit et les murs de la carrière a augmenté d'une façon linéaire en fonction du temps (Figure 1-9). La vitesse moyenne de convergence est de $103 \mu\text{m}/\text{an}$. Cette valeur est plus grande que celle provenant de la carrière de Glacis aux Valenciennes ($25 \mu\text{m}/\text{an}$). La vitesse de convergence est liée étroitement au fluage du massif rocheux en termes de vitesse de déformation. Elle traduit aussi la quantité de vieillissement du massif. Cette valeur de convergence est l'un des indices diagnostics d'un effondrement possible des piliers de la carrière.

En observant les mesures vis-à-vis du pilier, il est remarquable de noter que la pression interstitielle et la température diminuent de la surface vers le cœur (Figure 1-7, Figure 1-10). Cette observation peut être expliquée par le fait que lors du drainage ou de l'imbibition, le front de saturation migre au sein du pilier perpendiculairement à l'axe du pilier. Due à la variation de l'ambiance dans la carrière, la fluctuation des pressions interstitielles et des températures est plus importante vers la surface du pilier. Auvray (2003) a aussi trouvé un front de dissolution de la surface vers le cœur du pilier de gypse de Livry Gargan et Grozon au moyen de l'observation au microscope électronique à balayage (MEB). Par analogie, serait-il possible qu'un mécanisme de dégradation du pilier par l'écaillage et l'évolution physico-chimique de la surface vers le cœur du pilier ?

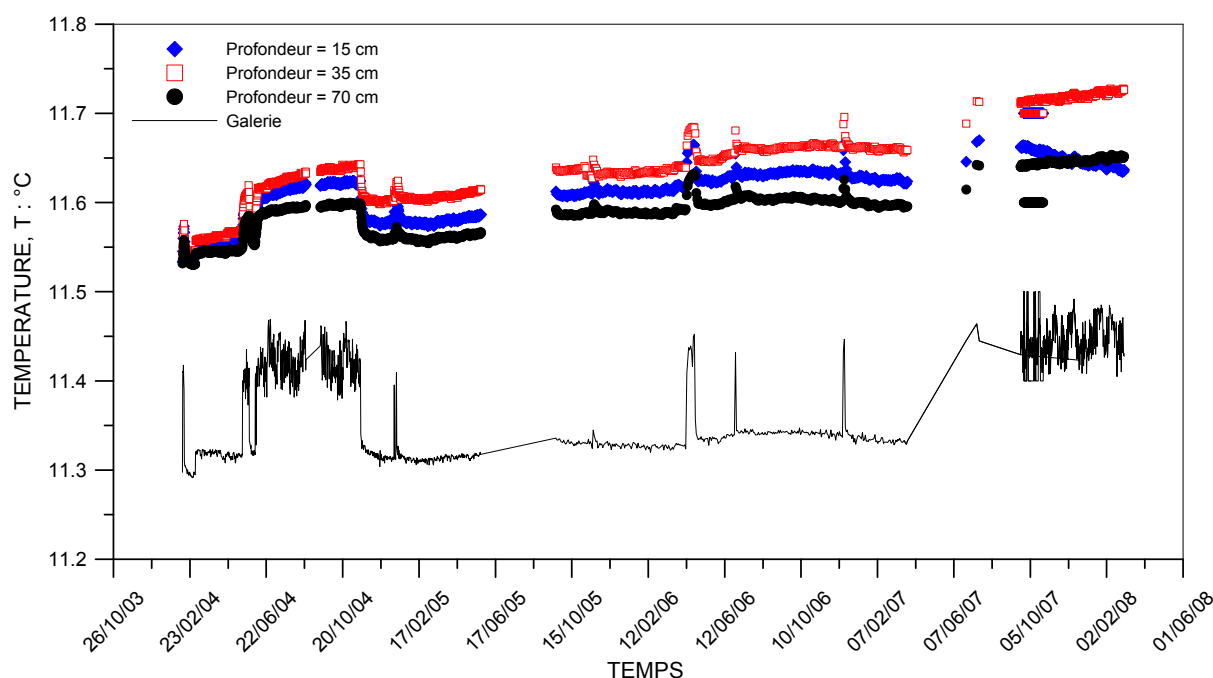


Figure 1-10: Evolution de la température du massif à différentes profondeurs du pilier et de la galerie

La température dans le massif, au sein du pilier varie très peu et reste quasiment constante à 11°C. L'effet de la température dans l'étude de la craie d'Estreux sera donc négligé.

Il est à noter que depuis la mise en place de l'instrumentation en février 2004, le niveau d'eau n'est pas remonté dans la carrière. Un effet clair de l'interaction eau-roche dans les piliers à travers des mesures *in situ* n'a donc pas été observé. Les phénomènes observés sont malheureusement lents. Un suivi à long terme est donc nécessaire afin de suivre la montée naturelle de la nappe phréatique dans la carrière.

1.2.5 Synthèse sur le contexte de la carrière

Plusieurs études ont été lancées pour progresser dans la gestion des risques d'effondrement ou d'affaissement des cavités souterraines. Ces études montrent l'importance de la recherche sur la compréhension des mécanismes physiques et physico-chimiques à l'origine du vieillissement des massifs rocheux.

Les premiers résultats *in situ* sur la carrière abandonnée d'Estreux montrent que les changements saisonniers dans la galerie de la carrière jouent un rôle très important. Ils se traduisent par des cycles de saturation-désaturation, les variations de l'humidité relative, du niveau d'eau et de la pression interstitielle dans le massif. Cependant, la température dans la galerie et dans le massif rocheux reste quasiment constante. Par conséquent, il paraît

important de considérer la variation de l'humidité relative entre 80% et 100% dans les essais au laboratoire pour reproduire des conditions proches de celles in situ.

Une étude bibliographique sur la craie est présentée dans ce mémoire. Elle se décompose en quatre points: généralité sur la craie, comportement mécanique, couplage hydro-mécanique et finalement un état de l'art sur l'effet du temps sera réalisé.

1.3 Généralité sur la craie

1.3.1 Définition

Suivant le dictionnaire de géologie de Foucault & Raoult, 2006 la craie est une roche sédimentaire, marine, calcaire (90% ou plus de calcite), à grain très fin, blanche, poreuse, tendre friable et traçante.

Géologiquement, la plupart des craies se sont principalement formées de la période du Crétacé supérieur à la première période de Daniel du Paléogène inférieure (entre 66 et 96 millions d'années). L'appellation de « craie » vient donc du terme latin « creta ».

Pétrographiquement, la craie est formée pour sa plus grande partie par une accumulation de coccolithes, pièce calcaires de végétaux unicellulaires – les coccolithophoridés.

La craie d'Estreux est bien définie comme une roche sédimentaire, provenant de la période du Crétacé supérieur (89 à 94 millions d'années). Généralement blanche, poreuse et traçante, elle contient des fractions argileuses, glauconies, d'où la couleur gris-vert (Bonvallet, 1979, Raffoux & Ervel, 1980).

1.3.2 Caractérisations physiques

Les caractéristiques physiques des craies ont été étudiées dans de nombreux travaux (Masson, 1973, Bonvallet, 1979, Hazebrouck & Duthoit, 1979, Mortimore, 1989, Lord et al., 2002).

En général, la craie est un milieu poreux, multiphasique contenant de l'eau, de calcite et de l'air ou/et de l'huile (craie pétrolifère). Les craies présentent un grand étalement des valeurs des caractéristiques physiques (Lord et al., 2002 et Senfaute et al., 2005) (Tableau 1-2).

Le Tableau 1-3 récapitule l'ensemble des propriétés physiques obtenues pour la craie d'Estreux. Sa masse volumique est plus élevée que celle de la calcite pure ($\rho_s = 2,71 \text{ Mg/m}^3$).

Ce qui peut s'expliquer par la présence de glauconie ($\rho_s = 2,99 \text{ Mg/m}^3$). La présence de glauconie influence vraisemblablement aussi la grande valeur de la surface spécifique de cette craie par rapport à d'autres craies pures blanches (par exemple, la craie de Lixhe, $S_s = 9 \text{ m}^2/\text{g}$). Globalement, les valeurs de caractéristiques obtenues pour la craie d'Estreux sont bien en accord avec les valeurs usuelles des craies du Nord de la France (Masson, 1973, Bonvallet, 1979). Elle est dans la catégorie forte porosité avec $n = 37 \%$ (Monjoie & Schroeder, 1989). Au prélèvement dans la carrière, la craie d'Estreux était presque saturée ($S_{rw} \approx 97 \%$).

Tableau 1-2: Caractérisations physiques des craies (Lord et al., 2002, Senfaute et al., 2005)

Caractérisations	Gamme
Poids volumique sec	12,6 - 24,6 kN/m ³
Porosité	9 - 52 %
Indice des vides	0,1 - 1,10
Teneur en eau	4 - 40 %
Teneur en CaCO ₃	55 – 99 %
Masse volumique du solide	2,65 - 2,77 Mg/m ³
Limite de liquidité	18 – 53 %
Indice de plasticité	4 – 30 %
Vitesse de propagation des sondes P	1300 – 2800 m/s

Tableau 1-3: Propriétés physiques de la craie d'Estreux

Propriétés physiques	
Masse volumique du solide, ρ_s	2,74 Mg/m ³
Porosité, n	37 %
Densité sec, ρ_d	1,73 Mg/m ³
Degré de saturation in situ, S_{rw}	97 %
Teneur en eau in situ, W_{wat}	20,7 %
Surface spécifique, S_s	14 m ² /g

1.3.3 Caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale de la craie est étudiée généralement au moyen de la porosimétrie au mercure et à l'aide de l'observation au Microscope Electronique à Balayage (MEB).

La porosimétrie au mercure est largement utilisée pour caractériser le réseau poreux des matériaux (argile, béton,...) grâce à la reconstruction des courbes d'intrusions de mercure. La porosimétrie au mercure se base sur le principe que le mercure étant un liquide non mouillant, il ne peut pénétrer un milieu poreux que s'il est soumis à une certaine pression. La pression injectée est en fonction du rayon d'accès de pore si l'on fait l'hypothèse de pores cylindriques par la loi de Laplace –Jurin:

$$P_c = \frac{2\sigma \cos \theta}{r} \quad (1.1)$$

Où : P_c est la pression de mercure injecté, σ est la tension de surface du mercure (482.2 N/mm), θ est l'angle de contact entre le mercure et le solide (146° pour la craie)

Le rayon d'accès des pores représente donc la microstructure de la craie. Variant entre 0,1 et 1,5 μm (Lord et al., 2002), les différences entre rayons d'accès des craies s'expliquent par une grande différence des comportements, des caractéristiques des craies à l'échelle macroscopique. Masson (1973) a trouvé une gamme de variation de la valeur du rayon d'entrée entre 0,1 et 1 μm pour 13 types de craies françaises (Figure 1-121).

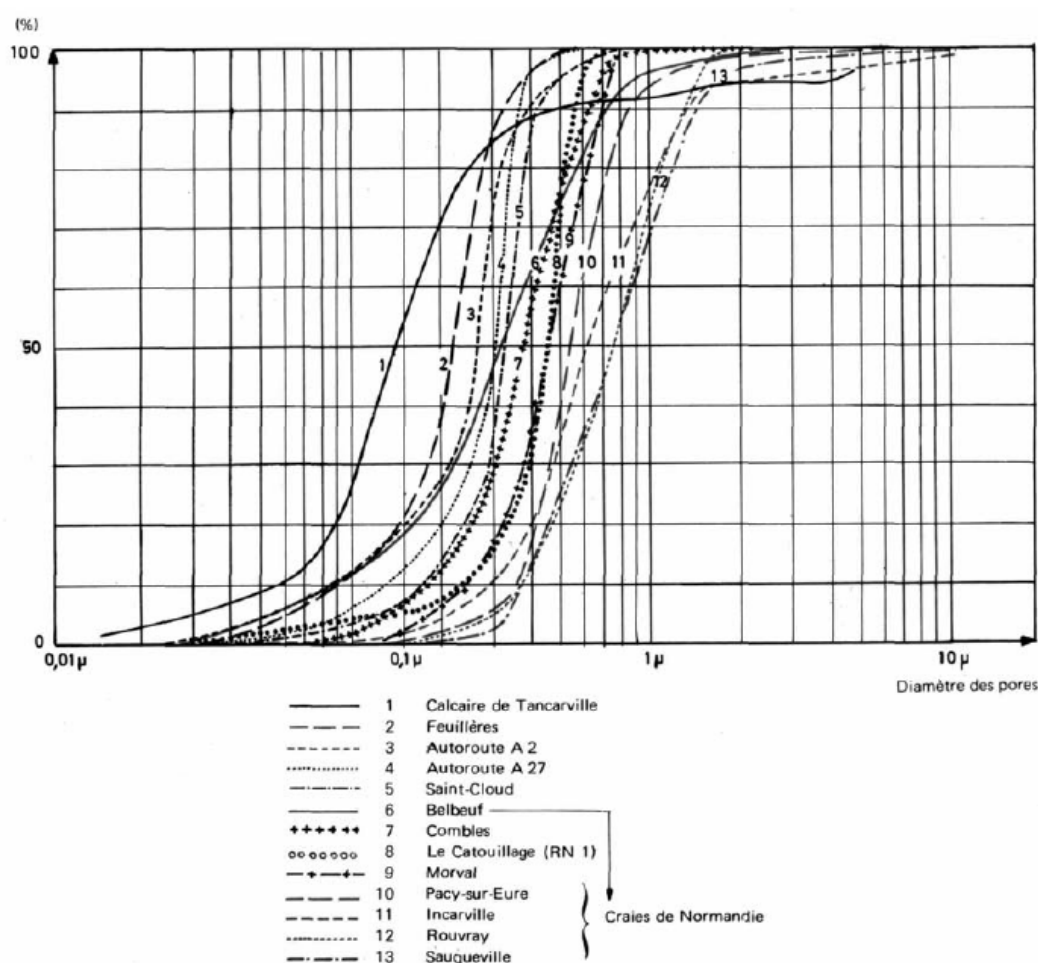


Figure 1-11: Répartition des pores sur 13 types de craies françaises (Masson, 1973)

La Figure 1-12 présente une comparaison de la distribution des pores de la craie de Lixhe et d'Estreux par la technique du porosimètre à mercure (Priol, 2005). Cette distribution des pores permet de distinguer la variabilité de la porosité entre ces deux craies. Par ailleurs, la porosité mesurée par cette technique n'est pas égale à celle réelle ($n = 18\%$ contre $n = 37\%$ pour la craie d'Estreux et $n = 25\%$ contre $n = 42\%$ pour la craie de Lixhe). Ce qui peut s'expliquer par la présence de porosité occluse dans les deux craies. En plus, la distribution des pores montre également que le rayon d'accès de la craie d'Estreux est plus grand que celui de Lixhe ($0,7\ \mu\text{m}$ contre $0,4\ \mu\text{m}$). Cette différence de taille des pores des craies peut être expliquée par la dimension des coccolithes, la diagenèse (Clayton, 1983) et la composition minéralogique (Priol, 2005). En fait, en provenance de la Mer du Nord, la craie de Lixhe est une craie pétrolifère, blanche et pure avec 99% de calcites (Gourri, 1991, Anderson, 1995, Xie, 2005) alors que la craie d'Estreux est une craie glauconieuse (Bonvallet, 1979).

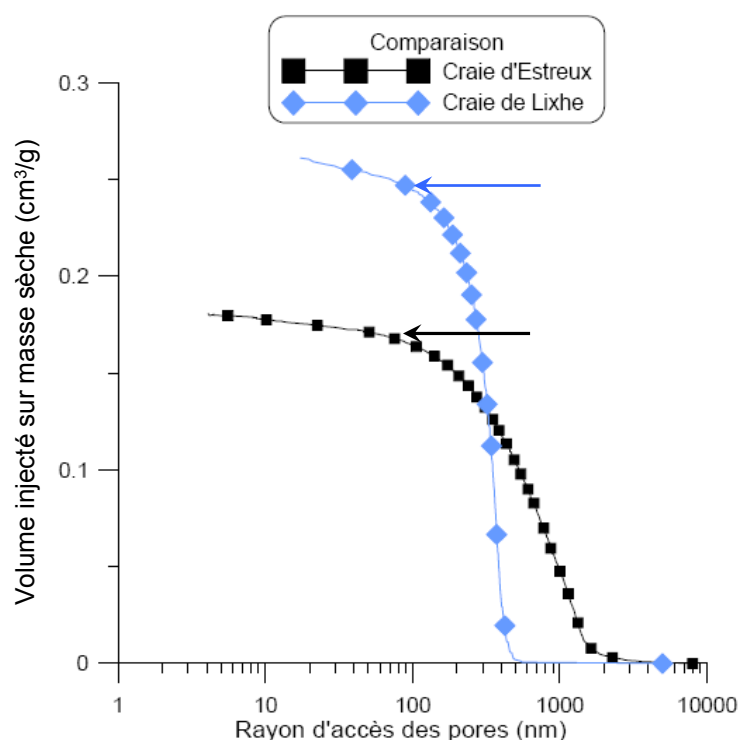
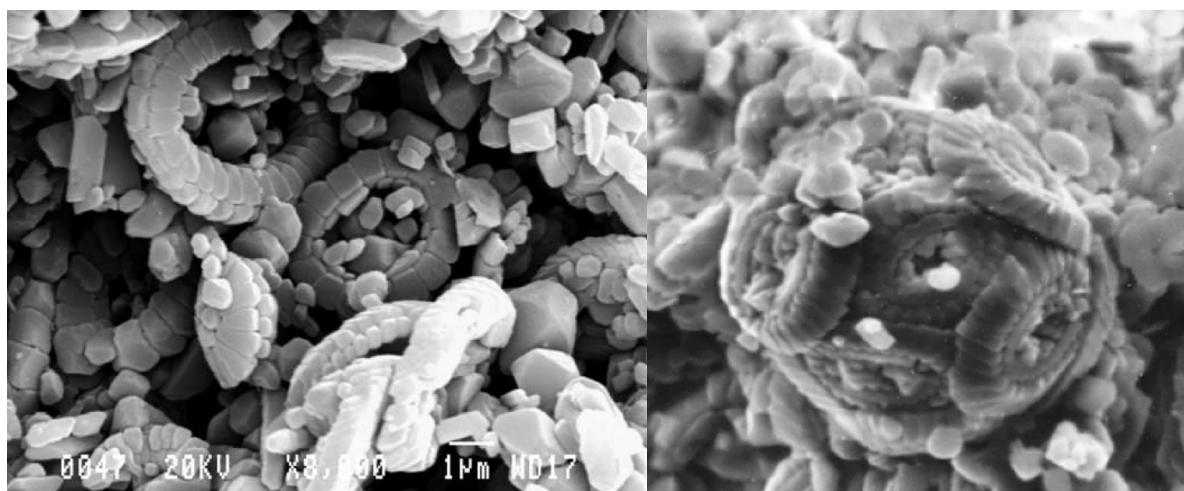


Figure 1-12: Résultats d'essais porosimétriques sur la craie de Lixhe (Priol, 2005)



(a) craie de Lixhe (Risnes et al., 2003)

(b) Coccosphère (Schroeder, 2002)

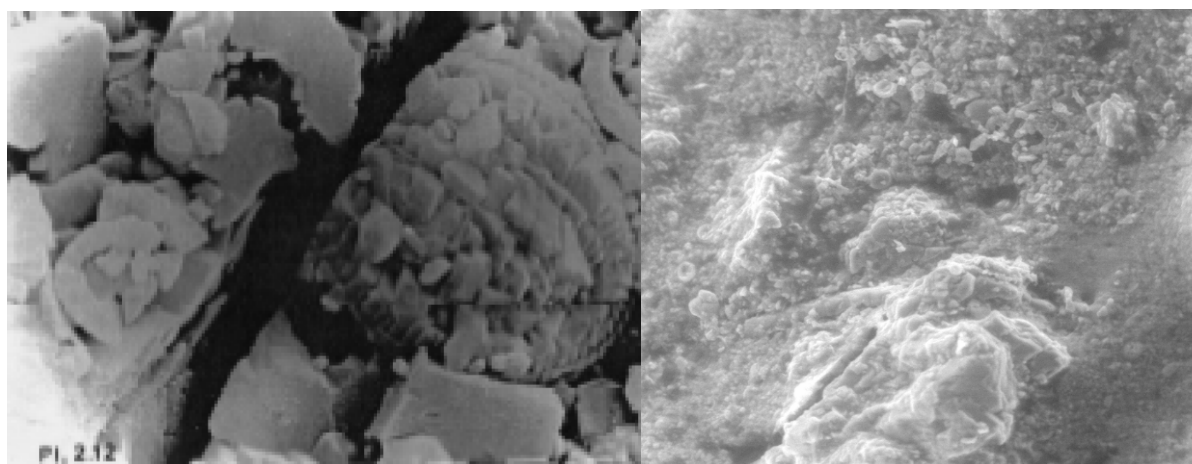
Figure 1-13: Photographies de la craie au MEB

Le réseau des pores et la microstructure de la craie sont observables au MEB. Comme montré sur la Figure 1-13, nous pouvons observer des plaquettes de calcite, des grains rhomboédriques dont certains de calcite recristallisée, des plaquettes de calcite cassées et des cristaux de petites tailles. Ce sont les cristaux de petites tailles qui font la liaison entre les grains de la même façon qu'un pont de cimentation (LeRoux, 1973). Généralement, les plaquettes de calcite sont de formes plus ou moins anguleuses de dimensions de 0,5 μm à 2,5

μm . Elles ont souvent une forme en anneaux ou rosette de 3 à 15 μm , dites coccolithes. A l'origine, les coccolithes forment une sphère, appelés coccosphères (Figure 1-13b). Dans celles-ci, on peut trouver des parties organiques de trace d'algues planctoniques unicellulaires. De plus, on peut trouver des fossiles dans la craie selon des modes de transports et de dépôt de sédiments, de l'érosion et des transformations subies. En fonction de la taille, les fossiles sont classifiés en nanofossiles, microfossiles (foraminifère) et macrofossiles (ammonites, spongiaires, radiolaires, belemnites...).

Ces observations mettent en évidence la complexité de la structure de la craie. Le réseau des pores est très interconnecté et les fluides y circulent. Ces interconnexions créent localement des hétérogénéités dans la craie. Par contre, il existe des arrangements microscopiques à arches et à poutres entre les grains eux-mêmes lors d'un chargement (Mata, 2001).

Du fait de la cimentation entre les grains, les microfissures sont rarement observées dans la craie. Cependant, Gutierrez et ses collègues ont trouvé des microfissures dans la craie sous l'effet de fluides. Sorgi & De Gennaro (2006) ont également montré l'ouverture d'une fissure au contact d'une inclusion (cristal de quartz) et de la matrice lors d'un processus d'humidification/séchage MEB Environnemental (MEBE). Selon les auteurs, le mécanisme volumique de rétraction de la matrice conduit à cette ouverture.



(a) Microfissure

(b) Microfissure sous l'humidification

Figure 1-14: Microfissure, (a) Gutierrez et al., 2000, et (b) Sorgi & De Gennaro, 2006

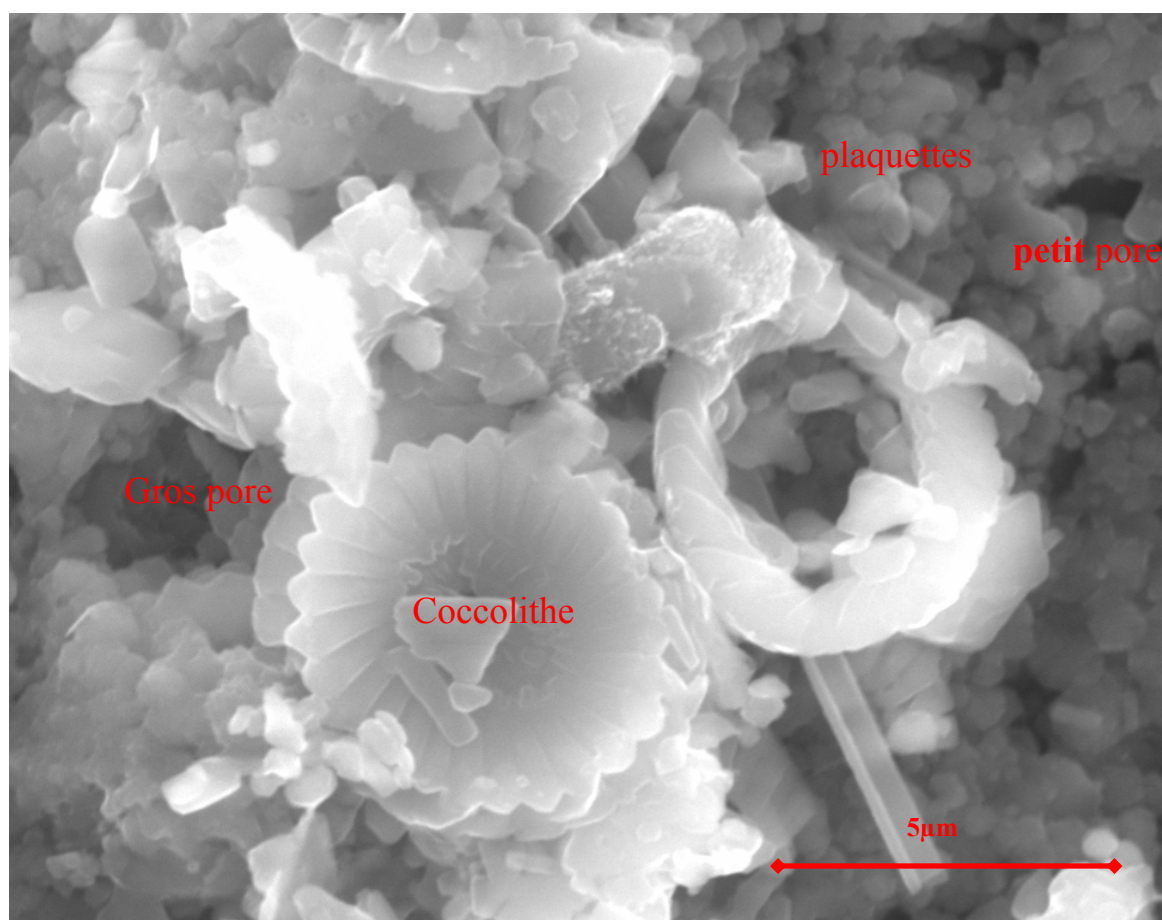


Figure 1-15: Image de la craie d'Estreux au MEB environnemental

La microstructure de la craie d'Estreux est présentée sur la Figure 1-15. On y trouve un coccolithe entier de diamètre de l'ordre de 5 μm , des plaquettes de coccolithes cassées de dimensions variées entre 0,5 et 2,5 μm et des pores de formes variées. On remarque que les pores sont regroupés en deux groupes : des gros pores de formes convexe de 3 μm de diamètre et de petits pores de formes variées de dimensions inférieures à 2 μm . Les petits pores ont une dimension comparable au diamètre moyen d'accès obtenu par la technique du porosimètre (1,4 μm).

1.3.4 Généralité sur le comportement mécanique de la craie

Plusieurs études du comportement mécanique ont été effectuées sur différents types de craies au moyen d'expériences à l'oedomètre et en compression simple (Hazebrouck & Duthoit, 1979, Raffoux & Ervel, 1980, Leddra & Jones, 1989, Gourri, 1991, Siwak et al., 1994, Schroeder, 1995, , Schroeder, 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005, Priol et al., 2007) ou encore à l'appareil triaxial (Leddra & Jones, 1989, Gourri, 1991, Siwak et al., 1994, Dahou

et al., 1995, Homand & Shao, 2000, Collin et al., 2002, Schroeder, 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005, Xie, 2005).

Les essais de compression simple sont très populaires dans la mécanique des sols et des roches. Les premiers essais sur la craie du Nord de la France ont montré que la résistance à l'état sec ($R_{c,sec}$) varie entre 5,2 MPa et 15,5 MPa et à l'état saturé ($R_{c,saturé}$) entre 2,4 MPa et 7 MPa. Le rapport ($R_{c,sec}/R_{c,saturé}$) est relativement constant et généralement voisin de 2. Selon Masson (1973), la craie d'Estreux est de très bonne de qualité.

Le comportement isotrope de la craie de Lixhe soumise à des chargement par palier et à vitesse de chargement contrôlée est présenté sur la Figure 1-16 (Xie, 2005, Homand & Shao, 2000). On remarque que l'évolution de la pression de confinement en fonction de la déformation volumique est similaire pour les deux procédures de chargement. Cette évolution traduit un comportement typiquement ductile. Elle est identifiée en trois zones par Shao (1978) cité par Homand & Shao, 2000: la première zone présente un comportement élastique quasi-linéaire, du point A au point C; la seconde zone, du point C au point F est caractérisé par une forte contractance plastique, une conséquence de l'effondrement progressif de la structure poreuse par rupture des ponts entre les grains solides de la craie; et la dernière zone, du point F au point F' montre une densification de la craie par un écrouissage croissant dû à la réduction de porosité. Il est à noter que cette évolution existe également dans l'oedomètre (Gourri, 1991, Siwak et al., 1994, Schroeder, 1995, 2000). Plusieurs auteurs ont interprété ce comportement par le fait que des coccolithes et des plaquettes restent résistants aux chargements extérieurs. En se déformant peu, ils créent un palier élastique pour les faibles valeurs du confinement. Avec l'augmentation de la pression, la structure de la craie se rompt au niveau macro initiant une rupture en chaîne et l'apparition de déformation plastique. De façon générale, ceci s'accompagne par une réduction violente de la porosité de la craie, appelée « pore collapse » ou effondrement des pores (Monjoie & Schroeder, 1989, Dahou et al., 1995, Schroeder, 1995, Homand & Shao, 2000).

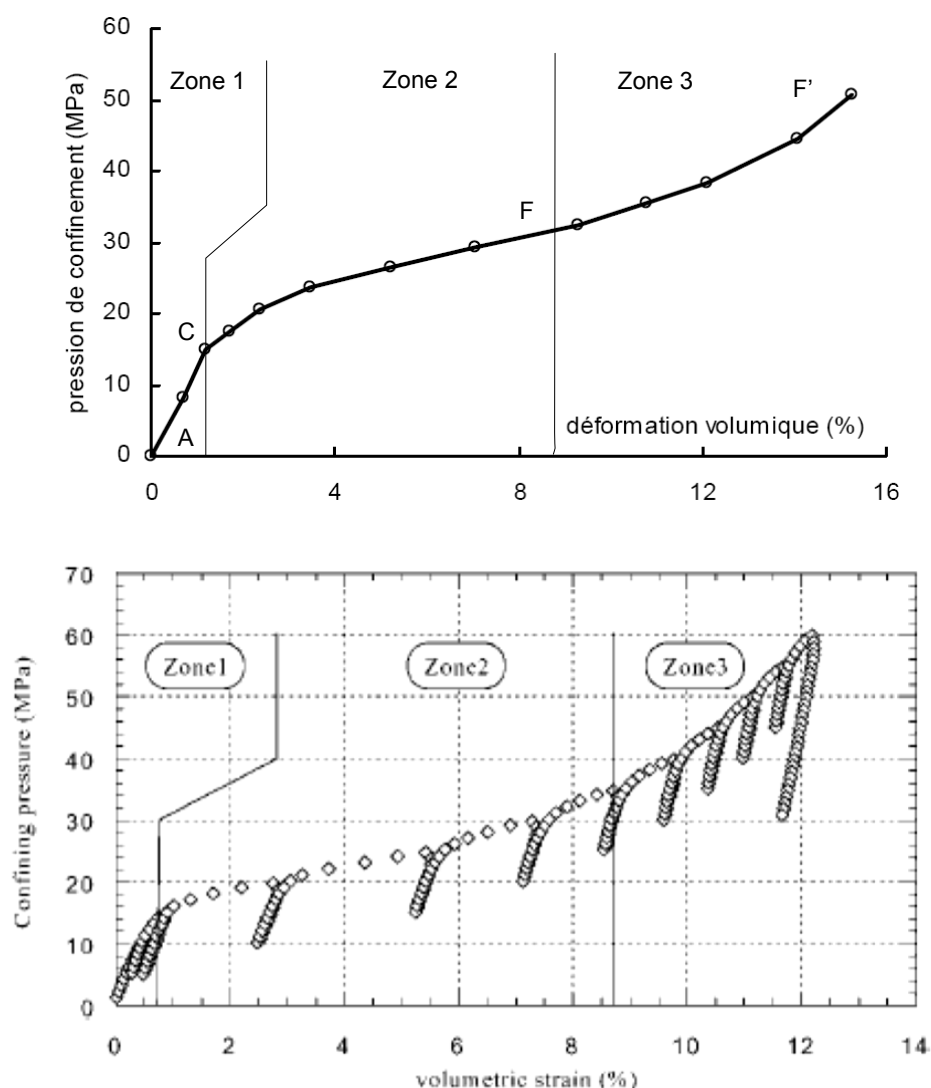


Figure 1-16: Compression isotrope sous chargement par paliers et à vitesse de chargement contrôlée de la craie de Lixhe (Xie, 2005, Homand & Shao, 2000)

L'ensemble des résultats sur différentes craies montre une concordance du comportement déviatorique de la craie. Dans la littérature, la plupart des études utilisent le chemin de chargement classique drainé à confinement constant (Leddra & Jones, 1989, Gourri, 1991, Siwak et al., 1994, Dahou et al., 1995, Papamichos et al., 1997, Homand & Shao, 2000, Collin et al., 2002, Schroeder, 2002, Priol, 2005, Xie, 2005). En suivant ce chemin de contrainte, on observe deux comportements distincts de la craie selon la pression de confinement appliqué. Comme montré sur la Figure 1-17, aux faibles contraintes de confinement (2,5 MPa et 5 MPa), la craie de la Mer du Nord présente un comportement fragile avec un pic de rupture brutale. Quand la contrainte de confinement augmente (à partir de 5 MPa), les courbes déviateur – déformation axiale présentent un comportement ductile, la rupture devient de plus en plus plastique et la phase « pseudo-élastique » se réduit et disparaît

au-delà de confinement à 25 MPa. Au confinement à 25 MPa, la craie a été probablement déjà plastifiée par le chargement isotrope. Ceci traduit un comportement de type élastoplastique avec écrouissage (Siwak et al., 1994, Homand & Shao, 2000).

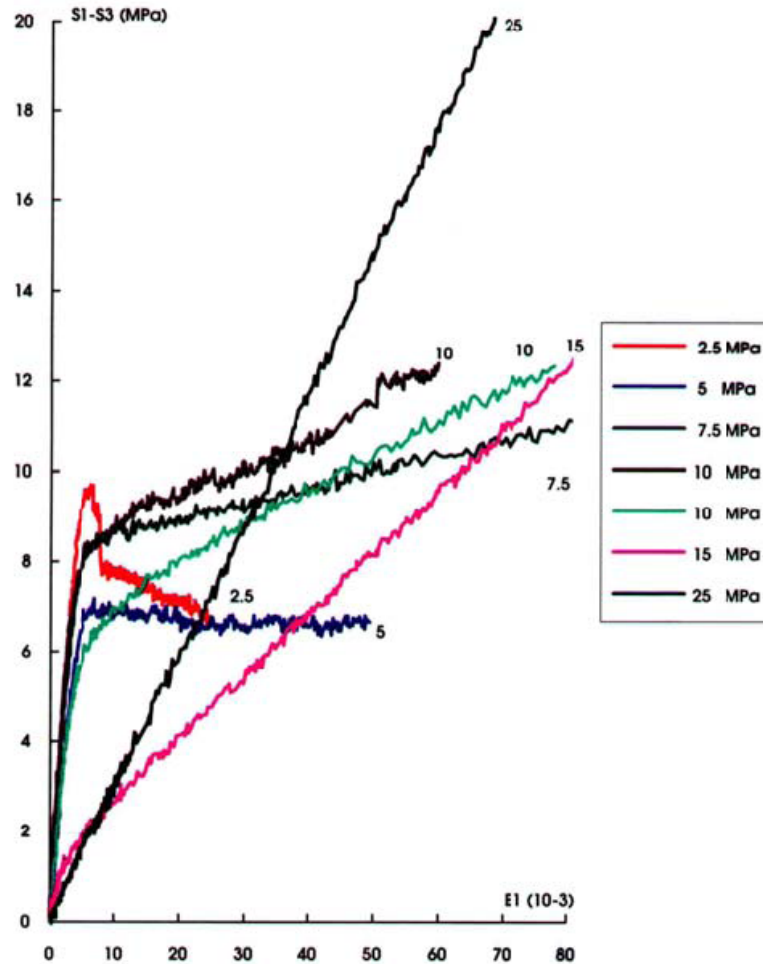
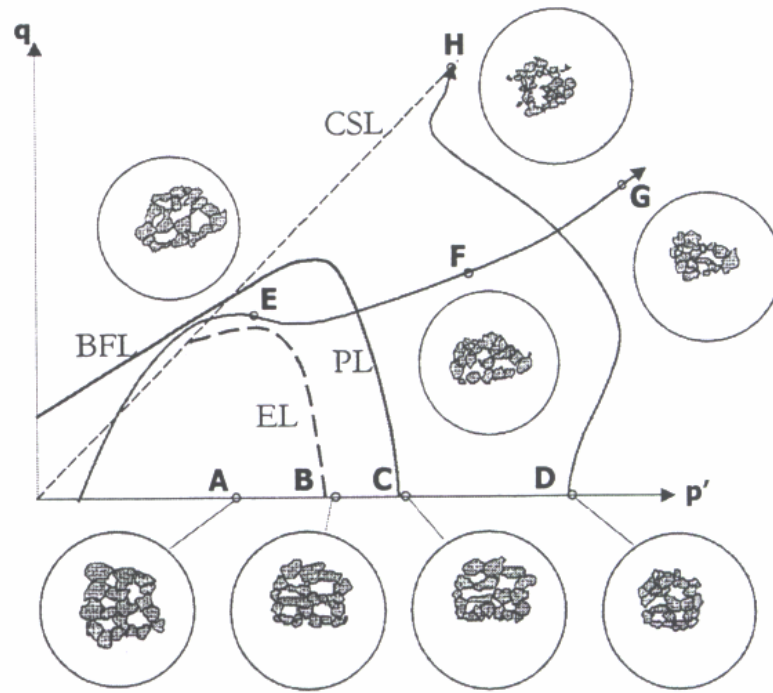


Figure 1-17: Essai de compression triaxiale à différentes contraintes de confinement (Schroeder, 2002)

Du point de vue microscopique, Kageon & Loe, cité par Andersen (1995) ont proposé les mécanismes microscopiques de déformation au cours de chargement présentés sur la Figure 1-18. Deux mécanismes de rupture coexistants présentent une concordance avec le comportement macroscopique.



BFL: Brittle Failure Line (droite de rupture fragile)

EL: Elastic Limit (limite élastique)

CSL: Critical State Line (droite d'état critique)

PL: Plastic Limit (limite plastique)

Figure 1-18: Description microstructurale au cours de chargement de la craie (Kageon & Loe, cité par Andersen, 1995)

1.3.4.1 Influence de la porosité

Comme montré précédemment, la craie présente une variabilité de porosité importante (9 – 52%) et ce facteur conditionne considérablement son comportement mécanique. Plusieurs études sur l'influence de la porosité sur la résistance des craies ont été menées.

Gourri (1991) a déterminé les paramètres poroélastiques en fonction de la porosité sur plusieurs roches calcaires de porosité moyenne (13-22%), calcaire de Tonnerre, Chauvigny, Lavoux et de forte porosité, la craie de Lixhe.

Engstrom (1992) a regroupé une étude statistique sur la variation des caractéristiques élastique en prenant en compte l'effet de la porosité pour les craies danoises. Selon lui, l'évolution du module d'Young (E) est une fonction exponentielle de la porosité et le coefficient de Poisson (ν) varie linéairement avec la variabilité de porosité:

$$E = 224800e^{-11,2n} \text{ (MPa)} \quad (1.3)$$

$$\nu = 0,21n + 0,117 \quad (1.4)$$

Clayton (1983) et Matthews & Clayton (1993) ont trouvé des résultats similaires. Ils ont observé que le module d'Young et la résistance à la compression à l'état sec et saturé dépendent de la porosité initiale (Figure 1-19).

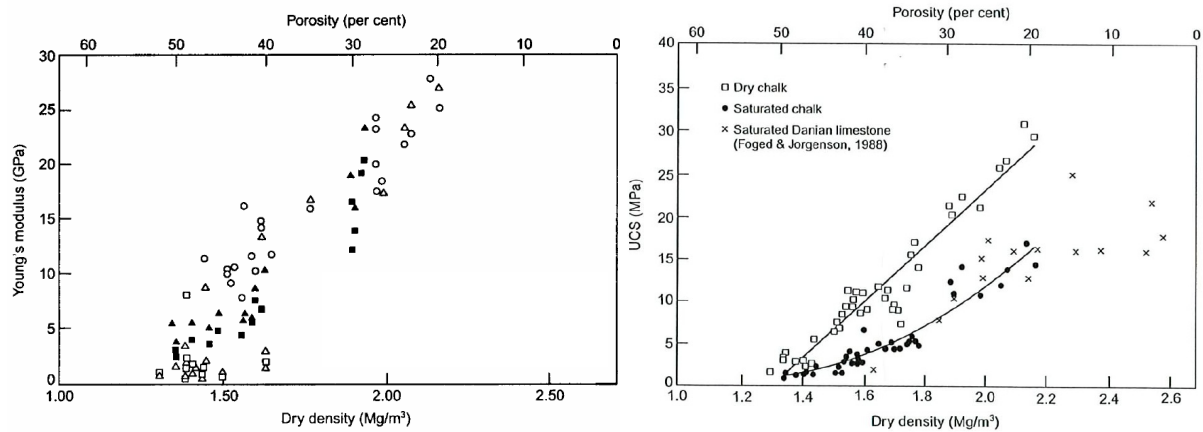


Figure 1-19: Effet de la porosité de la craie sur le module d'Young, E et la résistance à la compression simple, UCS (Matthews & Clayton, 1993)

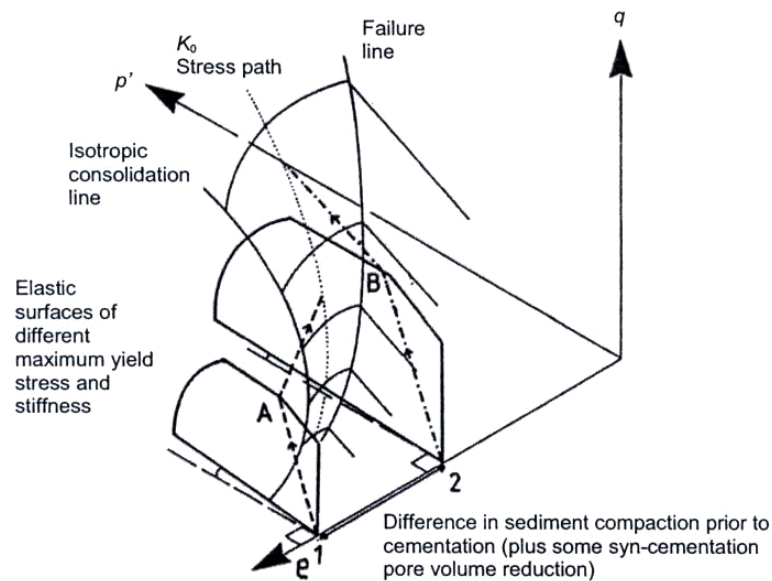


Figure 1-20: Espace (p', q, e) (Addis & Jones, 1989)

Dans les travaux de Addis & Jones (1989) sur la craie de mer du Nord, l'influence de la porosité a été interprétée dans l'espace (p', q, e) (Figure 1-20). Dans la phase élastique, deux craies de différentes porosités ont un comportement similaire (chemin 1A et 2B). Cependant, celle à faible porosité a une grande limite élastique et un coefficient de compressibilité élevé. En effet, la craie à forte porosité peut avoir une importante réduction de pores lors d'un faible

changement de pression tandis que celle à faible porosité produit une petite modification du volume de pore.

L'influence de la porosité et de la pression effective sur le comportement de la craie a été également discutée par Burland (1990). Récemment, les études réalisées par Risnes et al. (2005), Kornes et al. (2008) ont montré l'influence de la porosité sur l'ensemble du comportement mécanique de la craie au moyen de l'essai brésilien et de l'essai triaxial.

1.3.4.2 Couplage hydromécanique

On a montré précédemment que la carrière est soumise à une variation de l'hygrométrie ou des cycles de hydratation/ déshydratation en relation avec les changements saisonniers. Une étude bibliographique concernant le couplage hydromécanique associé aux changements de saturation paraît donc nécessaire.

a) Quantification de l'effet de l'eau

L'effet de l'eau sur le comportement de la craie est connu depuis longtemps et se traduit par la perte de résistance progressive de la craie quand sa saturation augmente. Cela provoque des phénomènes liés à la subsidence à la surface et parfois à l'effondrement (local et/ou général) de carrières souterraines. Dès la fin des années 60, des études sur la diminution de la résistance de la craie lors de la saturation ont été menées par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) (Masson, 1973). Dans les années 70, l'effet de l'eau a été étudié sur les propriétés de gonflement (Doremus, 1978). L'essai de compression simple permet de mettre en évidence cet effet à l'aide du rapport de la résistance entre l'état sec et saturé ($\frac{R_{c,sec}}{R_{c,saturé}}$). Un résultat classique est montré sur la Figure 1-21. La pente entre la résistance à la compression simple à l'état sec et saturé, voisine de 2, montre la diminution de résistance en présence de l'eau.

A l'état partiellement saturé, l'effet de l'eau est initialement défini par l'influence de la teneur en eau ou du degré de saturation (Bonvallet, 1979, Mortimore, 1989, Matthews & Clayton, 1993, Papamichos et al., 1997, Talesnick et al., 2001, Lord et al., 2002, Schroeder, 2002, Priol, 2005) et la succion (Delage et al., 1996, Schroeder, 2002, Collin et al., 2002, De Gennaro et al., 2003, 2004, Priol, 2005).

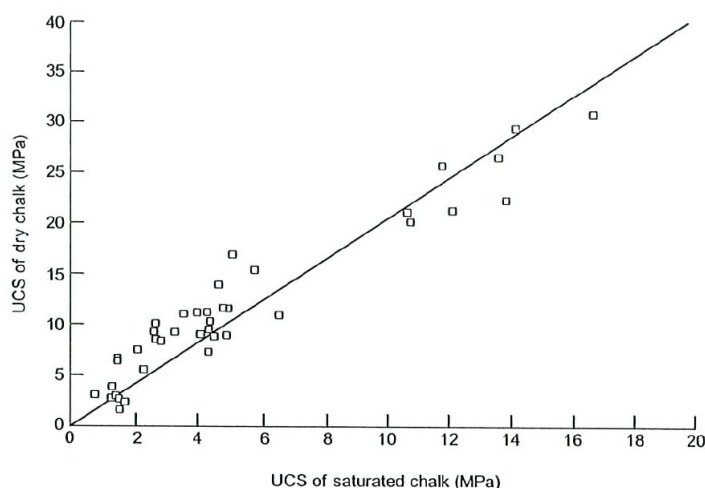


Figure 1-21: Comparaison entre la résistance à la compression simple à l'état sec et saturé de la craie intacte (Matthews & Clayton, 1993)

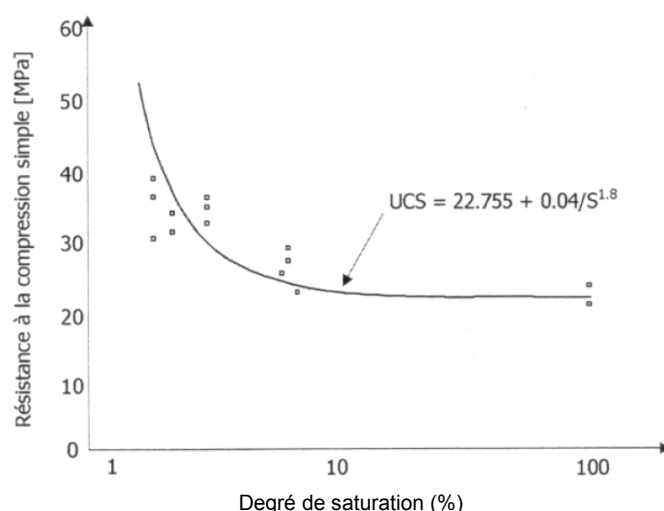


Figure 1-22: Effet de l'eau sur la résistance à la compression simple (Papamichos et al., 1997)

Concernant l'influence du degré de saturation, les auteurs montrent que les caractérisations élastiques (module d'Young, module de compression K , résistance à la compression simple UCS, limite élastique) dépendent de ce paramètre. Papamichos et ses collègues ont observé que la résistance à la compression simple diminue avec l'augmentation du degré de saturation tandis que le coefficient de Poisson et l'angle de frottement restent plus ou moins constants. La Figure 1-22 présente l'évolution de la résistance à la compression simple en fonction du degré de saturation. De même, Talesnick et al. (2001) a montré, en utilisant des essais brésiliens pour une craie, une diminution de la résistance à la traction avec l'augmentation du degré de saturation. Les résultats, présentés sur la Figure 1-23, montrent que le passage de l'état saturé à l'état sec n'est pas linéaire.

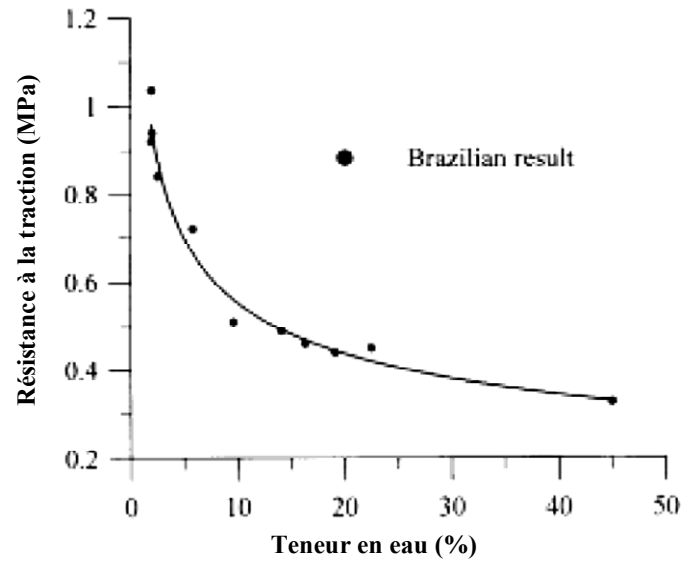


Figure 1-23: Effet de l'eau sur la résistance à la traction, essai brésilien (Talesnick et al., 2001)

L'influence de la succion a été étudiée initialement pour les sols non saturés. D'un point de vue thermodynamique, la succion dans les sols représente l'énergie potentielle associée à l'eau. Le potentiel de l'eau d'un sol non saturé (Ψ) qu'on identifie à la succion totale, est la somme de différentes composantes, le potentiel de pression externe (Ψ_p) et gravitaire (Ψ_g), le potentiel capillaire et d'adsorption aussi appelé potentiel matriciel (Ψ_m) et le potentiel osmotique (Ψ_o) :

$$\Psi = \Psi_p + \Psi_g + \Psi_m + \Psi_o \quad (1.4)$$

Dans le cas de la craie, un milieu poreux dont les pores sont remplis d'eau et d'air, la contribution des potentiels osmotiques et d'adsorption est négligeable par rapport à celle de capillarité. La succion totale se réduit donc à la succion matricielle. La succion est donc définie comme la différence entre la pression de l'air (u_a) et la pression de l'eau (u_w) :

$$s = u_a - u_w \quad (1.5)$$

Par ailleurs, suivant la loi de Kelvin, une des relations fondamentales de la thermodynamique indique que la relation entre l'humidité relative ambiante et la succion totale est indépendante du sol. Cette relation sera abordée davantage dans le chapitre 2 dédié à l'étude des propriétés de rétention d'eau.

La notion de la succion est éventuellement appliquée pour la craie pétrolifère en remplaçant à la pression de l'air celle de l'huile ($s = u_o - u_w$) (Delage et al., 1996, Schroeder, 2002, Collin et al., 2002, De Gennaro et al., 2003, 2004, Priol, 2005). Sur la Figure 1-24, l'influence de la

succion eau-huile sur le comportement mécanique de la craie de Lixhe est mise en évidence dans les travaux de Priol (2005). Cette figure présente les résultats des essais isotropes et déviatoriques sur cette craie de l'état saturé à l'état sec avec une valeur de succion respectivement égale à 200 kPa ($S_{rw} = 50\%$) et 1000 kPa ($S_{rw} = 10\%$). Il est important de noter que la succion provoque une extension du domaine élastique de la craie et engendre également un écrouissage homothétique de la surface entière. Par ailleurs, le rapport entre la contrainte moyenne nette ($p^* = p - u_o$) à l'état partiellement saturé et saturé augmente avec la succion et il est de l'ordre de 2 à l'état sec. Il semble que la succion a peu d'influence sur la droite relative au mode de rupture fragile.

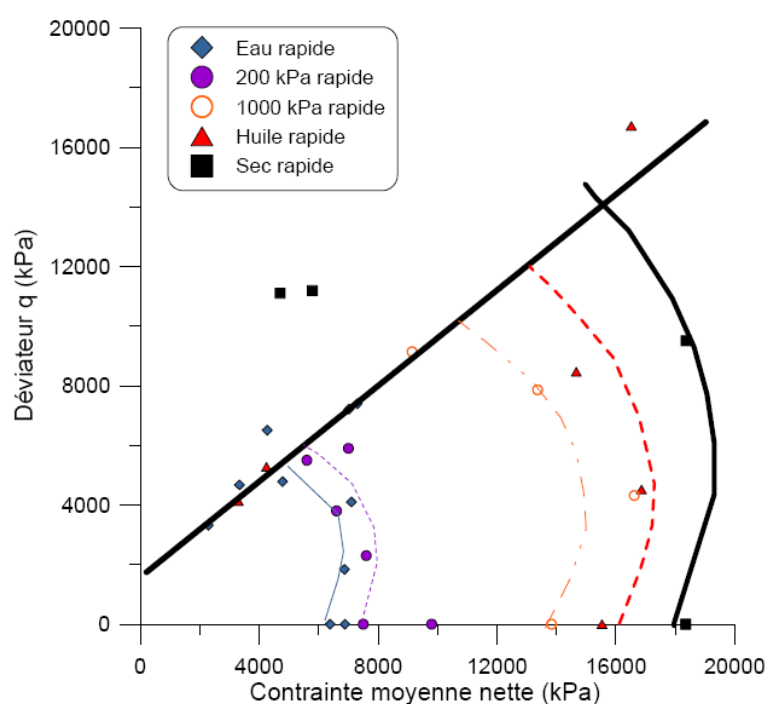


Figure 1-24: Effet de l'eau sur la surface de charge (Priol, 2005)

b) Mécanisme de l'affaiblissement dû à l'eau

Plusieurs mécanismes ont été discutés afin d'expliquer la perte de résistance de la craie en présence d'eau. En général, trois mécanismes apparaissent pertinents: physiques, chimiques et physico-chimique dans l'interaction eau-roche.

Au début des années 90, l'affaiblissement et la compaction des craies pétrolifères dû à l'eau ont été interprétés par l'interaction purement physique entre les grains et les fluides par l'intermédiaire des forces capillaires (Andersen & Foged, 1992, Brignoli et al., 1994, Piau & Maury, 1994, Schroeder, 1995, Delage et al., 1996, Papamichos et al., 1997. Lorsque l'eau

envahit progressivement les pores de la craie, les vides sont remplis d'eau. Ceci détruit petit à petit le ménisque eau-air ou eau-huile et par conséquent, la tension de surface à l'interface diminue jusqu'à disparition.

Delage et ses collègues ont utilisé ces approches pour comprendre les phénomènes de subsidence observés sur les champs pétrolifères lors de l'injection d'eau pour l'exploitation de pétrole. Papamichos et al. (1997) ont aussi ajouté l'effet des forces capillaires dans leur modèle afin d'étudier la craie partiellement saturée. Par contre, Piau & Maury (1994) ont proposé que les cisaillements locaux exercés entre les grains, en présence du ménisque huile/eau et l'existence des réactions chimiques locales, jouent un rôle plus importants que l'effet des forces capillaires. Lord et al. (1998) ont donné des arguments contre l'hypothèse de l'effet des forces capillaires. En fait, en utilisant la méthode de thermodésorption afin de quantifier l'eau résiduelle contenue dans la craie sèche, ils y ont trouvé une quantité d'eau, après séchage, égale à 20 fois moins la quantité nécessaire à créer des forces capillaires.

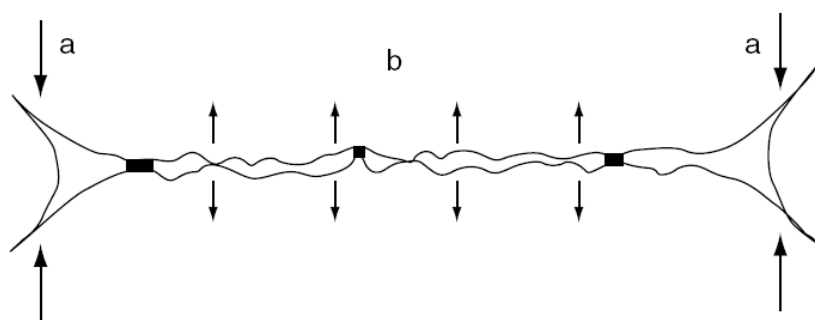


Figure 1-25: Forces entre les grains : capillaires (a), répulsives (b) (Risnes & Flaageng, 1999)

Dans les travaux de Risnes & Flaageng (1999), les interactions fluide-craie et les aspects micromécaniques ont été abordés. Selon ces auteurs, outre les forces capillaires, les forces répulsives développées dans la zone de contact de grain en présence d'eau dues aux interactions entre les molécules d'eau fortement polarisées peuvent expliquer certains changements des propriétés mécaniques (Figure 1-25). En analysant les phénomènes liés à la variation d'hygrométrie ou bien de teneur en eau, Sorgi (2004) suggère que des actions physiques d'origine thermique (dilatance/contractance, gel/dégel), hydrique (hydratation/dessiccation), mécanique et chimiques (cristallisation/dissolution, oxydation) sont à l'origine des phénomènes de dégradations.

Les deux aspects mécanique et physico-chimique sont étroitement liés dans les craies. En effet, les phénomènes d'interactions physico-chimiques entre les particules constitutives et le fluide de saturation semblent être prépondérants par rapport aux phénomènes purement mécaniques tels que la réorganisation des débris de coccolites ou les « ponts de calcite » entre grains. Le cas particulier du « pore collapse » et de phénomènes tels que l'écoulement des fluides dans les pores représentent un exemple d'interaction dans l'aspect physico-chimique de la « résistance » de la craie (Schroeder, 1995, Risnes et al., 2003).

L'effet chimique est-il un des mécanismes importants dans l'interaction eau-craie ? Le phénomène de cristallisation/dissolution est un processus d'altération typique des roches calcaires riche en calcite (Newman, 1983, Piau & Maury, 1994, Lord et al., 1998, Risnes & Flaageng, 1999, Gutierrez et al., 2000, Hellemann et al., 2002b). En se basant sur l'analyse chimique de l'eau interstitielle, Newman (1983) suggère des phénomènes de dissolution par la concentration d'anion carbonate CO_3^{2-} et de cation Ca^{2+} . Cette concentration est contrôlée par des réactions comme oxydation ou précipitation dans la saumures (SO_4^{2-} , OH^- ...) ou dans les grains (Na^+ , Si^{2+} , ...). L'ensemble de ces équilibres chimiques participe à l'activité de l'eau dans la craie par le biais de potentiel chimique en fonction de sa molarité. Cependant, les effets chimiques ne sont pas jugés prépondérants et ils représentent un mécanisme secondaire selon Risnes et al., (2003).

D'une façon générale, la vitesse de dissolution de calcite dépend des propriétés hydrodynamiques du milieu ambiant et des réactions hétérogènes qui se produisent sur la surface. Hellemann et al. (2002a) ont réalisé des études sur le phénomène de dissolution sous contraintes qui résulte de l'application d'un état de contraintes dont l'effet provoque un transfert de matière minérale dont la taille ne dépasse pas celle du grain. Ce phénomène n'induit pas de grande variation dans la composition chimique. Alors, des transformations de texture dans la craie sont associées aux mécanismes de réduction de porosité et de diminution de la taille des pores sous l'effet de la sollicitation extérieure et de la cristallisation/dissolution. Ce phénomène peut donc intervenir dans le mécanisme de fluage où le temps agit comme un facteur important afin d'activer l'effet chimique.

c) Synthèse sur l'effet de l'eau sur le comportement mécanique

L'effet de l'eau sur le comportement mécanique est défini par l'intermédiaire de la teneur en eau (ou degré de saturation) ou de la succion. Dans le cadre des études « partiellement

saturées », la notion de succion semble la plus pertinente. La limite élastique de la craie croît avec la diminution de la teneur en eau dans la craie ou l'augmentation de la succion. En fait, l'eau dans la craie présente des variables d'équilibres physiques (forces capillaires), thermodynamiques (dissolution/cristallisation), physico-chimiques. De nombreux travaux ont été dédiés à l'étude de l'effet de l'eau sur le comportement mécanique de la craie. Pourtant, la connaissance du comportement hydro-mécanique de la craie reste encore très limitée.

1.3.4.3 Effet du temps

Généralement, trois types d'essais (fluage, relaxation et changement de vitesse de chargement) sont utilisés pour l'étude du comportement visqueux des géomatériaux. L'effet du temps est souvent associé au fluage, phénomènes de déformations se produisent sous l'effet d'une contrainte effective constante. Dahou (1995) a étudié le fluage de la craie de Lezenne sur chemin isotrope ainsi que déviatorique. Ses résultats ont montré qu'il n'y a jamais de phase secondaire et tertiaire lors de fluage car il existe toujours une stabilisation de déformations de fluage au chargement donné. En plus, 90% des déformations de fluage se produisent pendant les 24 premières heures pour l'essai isotrope et déviatorique (Figure 1-26, Figure 1-27).

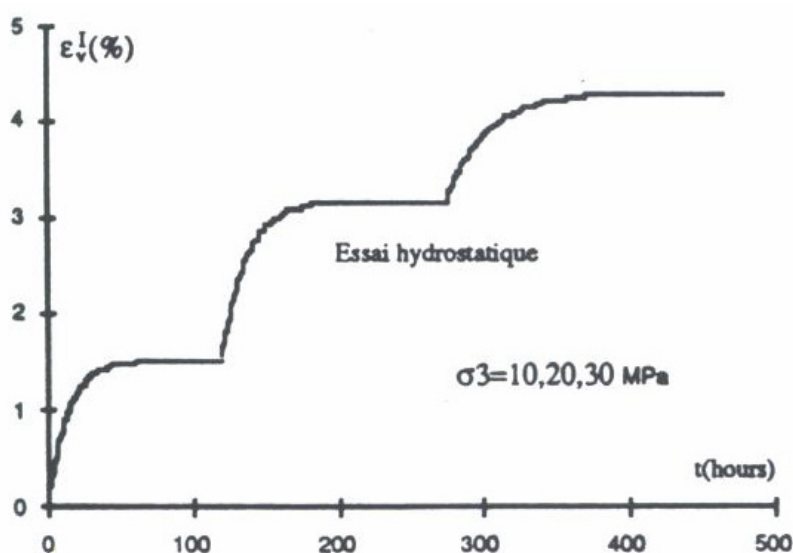


Figure 1-26: Essai de fluage isotrope de 10, 20 et 30MPa (Dahou, 1995)

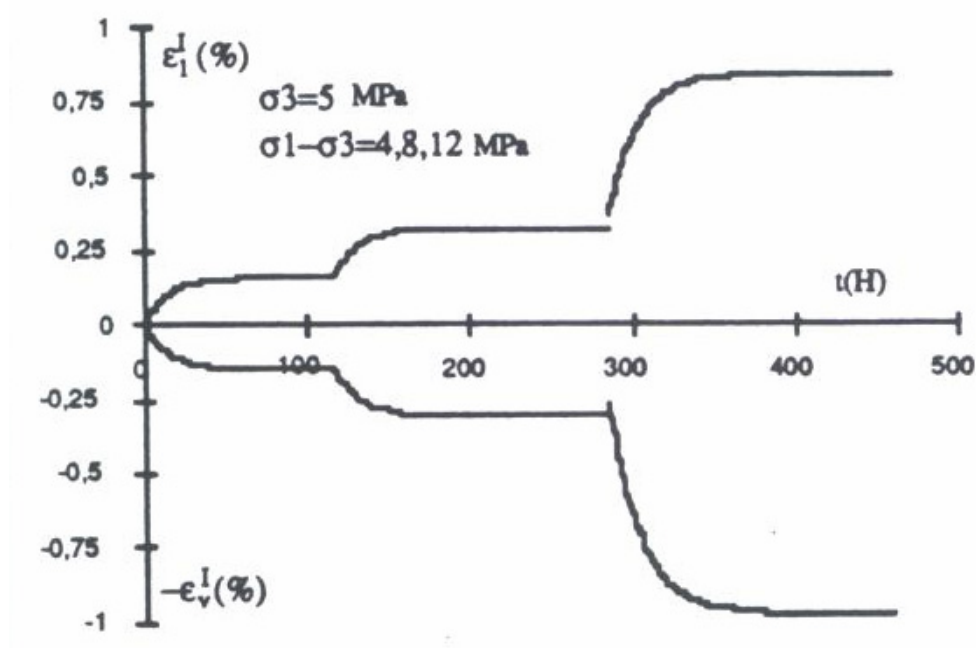


Figure 1-27: Essai de fluage déviatorique avec le confinement à 5MPa (Dahou, 1995)

L'essai de relaxation est défini comme le suivi de la contrainte dans le temps en gardant la déformation constante. En raison de sa difficulté à mettre en œuvre, il existe très peu de données issues d'essai de relaxation dans la littérature pour les géomatériaux. Regroupant des données sur l'argile, Augustesen et al. (2004) ont montré qu'au cours de la relaxation, les vitesses de contraintes sont liées à celles de déformations viscoplastiques. Un essai de relaxation a été effectué par Dahou (1995) sur la craie de Lezenne. Dans ce cas, la déformation radiale n'a pas été empêchée. La Figure 1-28 présente la variation de la contrainte axiale en fonction du temps lorsque la contrainte de confinement est égale à 15 MPa et la déformation axiale est imposée à 0,7 %.

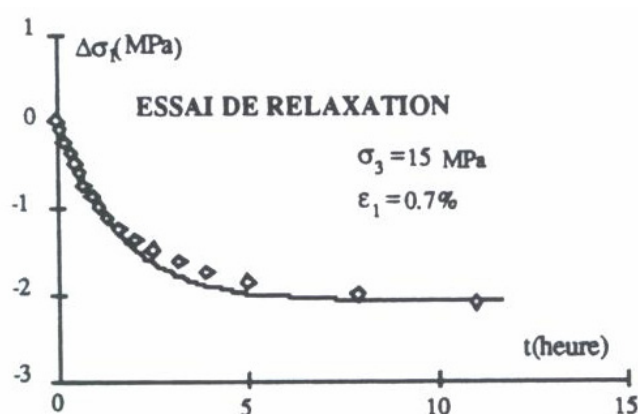


Figure 1-28: Essai de relaxation au confinement 15MPa et à une déformation 0,7% (Dahou, 1995)

Il est préférable d'étudier le comportement visqueux de la craie en réalisant des essais à vitesse de chargement et/ou de déformation contrôlée ($\dot{\sigma}, \dot{\epsilon}$) (Schroeder, 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005, Hickman & Gutierrez, 2007).

En étudiant l'influence de la vitesse de déformation, Tatsuoka (2007) introduit trois types de viscosité en réponse au cisaillement: Isotach, TESRA (Temporary or Transient Effects of Strain Rate and Acceleration) et P&N (Positive and Negative). Isotach est un type classique de viscosité pour les roches tendres sédimentaires, l'argile de grande plasticité et gravier sols avant pic. TESRA est trouvé dans les résultats pour les sables de Hostun et de Toyoura (DiBenedetto et al., 2002, Tatsuoka et al., 2002). Le type de viscosité P&N comprend une composante positive causée par l'augmentation de vitesse de chargement et une composante permanente négative de l'Isotach. L'évolution entre la contrainte et la déformation de ces trois types de comportement visqueux lors du changement de vitesse de chargement est présentée sur la Figure 1-29. Selon Tatsuoka, le type de viscosité dépend de la forme des particules, de la rupture des particules, du contact inter-particules et du niveau et du type de chargement (Tableau 1-4).

Tableau 1-4: Résumé de types de viscosité du géomatériaux (Tatsuoka, 2007)

Type de viscosité Facteurs influencés	Isotach → « Intermédiaire » → TESRA → P&N
Forme de particules	Plus angulaire → Plus rond
Dimension de particules	Plus petit → Plus grand
Rupture de particules	Plus écrasable → Moins écrasable
Cimentation inter-particules	Forte → Faible → Nulle
Niveau de charge	Avant pic → Après pic
Déformation due au chargement cyclique	Petite → Grande
Déformation de fluage	Grande → Petite

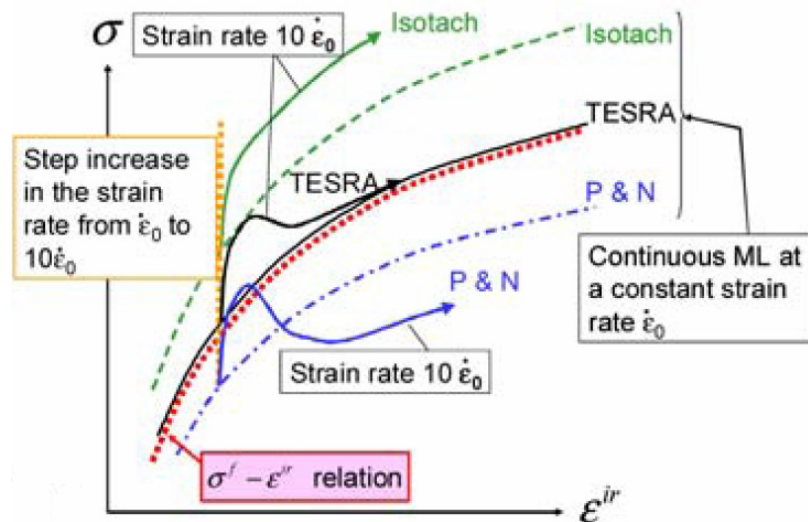


Figure 1-29: Trois types de viscosité (Tatsuoka, 2007)

La Figure 1-30 présente un résultat d'essai de compression uniaxiale sur la craie de Mer du Nord de grande porosité (47,3 %) avec deux vitesses de chargement: lent (10^{-4} MPa/s) et rapide (2×10^{-3} MPa/s). L'enveloppe de la vitesse de chargement « rapide » est située au dessus de celle « lente ». L'évolution entre la contrainte effective axiale et la déformation axiale peut être assimilée à un comportement de type Isotach.

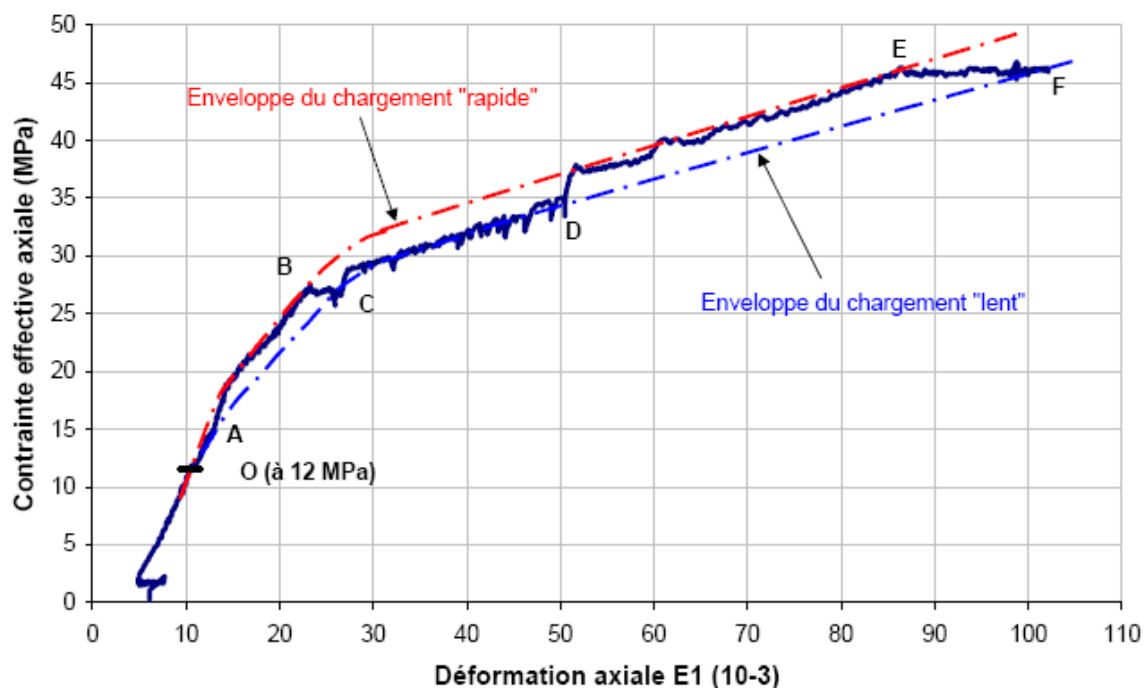


Figure 1-30: Isotach de la craie de Mer du Nord (Schroeder, 2002)

Comme montré sur la Figure 1-31, les résultats des essais isotropes et radiaux sur la craie de Lixhe pour deux vitesses de chargement différentes ($3,3 \times 10^{-3}$ et $5,5 \times 10^{-5}$ MPa/s) mettent en

évidence l'effet de la vitesse de changement sur cette craie (Priol, 2005). A l'instar de ces résultats, l'augmentation de la vitesse de chargement écrouit la craie et accroît sa limite d'élasticité pour la succion de 200 kPa et saturé à l'huile. L'influence de la vitesse de chargement sur la droite de rupture apparaît négligeable.

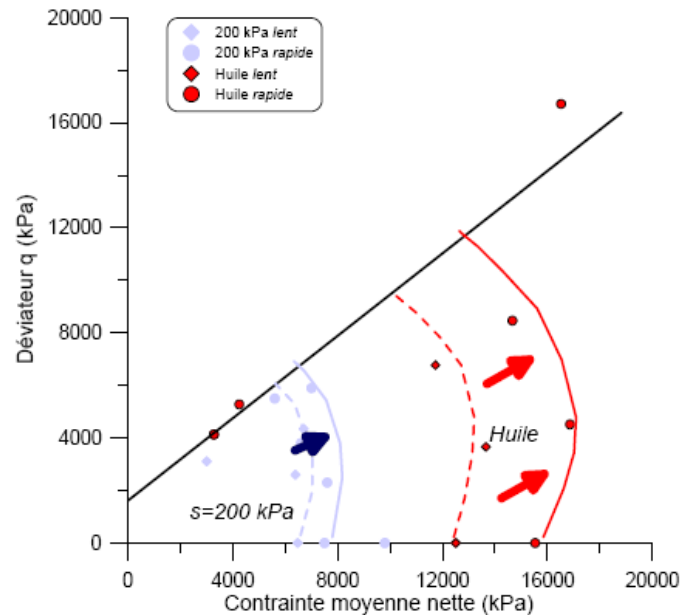


Figure 1-31: Effet de la vitesse de chargement et de la succion sur la craie de Lixhe (Priol, 2005)

Plusieurs études sur l'influence de la vitesse de déformation effectuées sur les argiles ont été menées (Bjerrum, 1967, Vaid & Campanella, 1977, Kim & Leroueil, 2001, Leroueil, 2006). La Figure 1-32 montre l'évolution de la déformation axiale en fonction du déviateur avec trois niveaux de vitesse de déformation imposés sur les deux argiles de Belfast et de Winnipeg. Ces résultats présentent clairement l'augmentation de la limite élastique avec la vitesse de déformation.

Il est intéressant de commenter la différence entre la vitesse de chargement et la vitesse de déformation. D'une façon générale, les essais à vitesse de déformation contrôlée sont mieux adaptés sur la courbe déformation - contrainte dans la seconde phase du comportement de type élasto-viscoplastique. Par contre, les essais à vitesse de chargement imposée permettent un meilleur suivi de l'essai dans la première phase de comportement (élastique) (Figure 1-33). Cette distinction mène globalement à étudier une relation contrainte - déformation de type $\sigma = f(\varepsilon, \dot{\varepsilon})$.

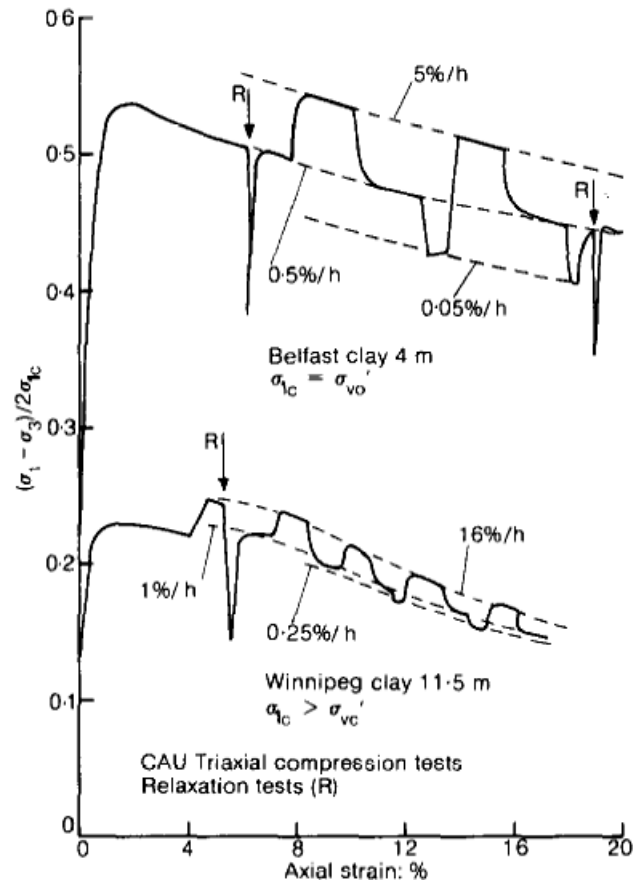


Figure 1-32: Isotach de l'argile de Belfast et de Winnipeg (Graham et al., 1983)

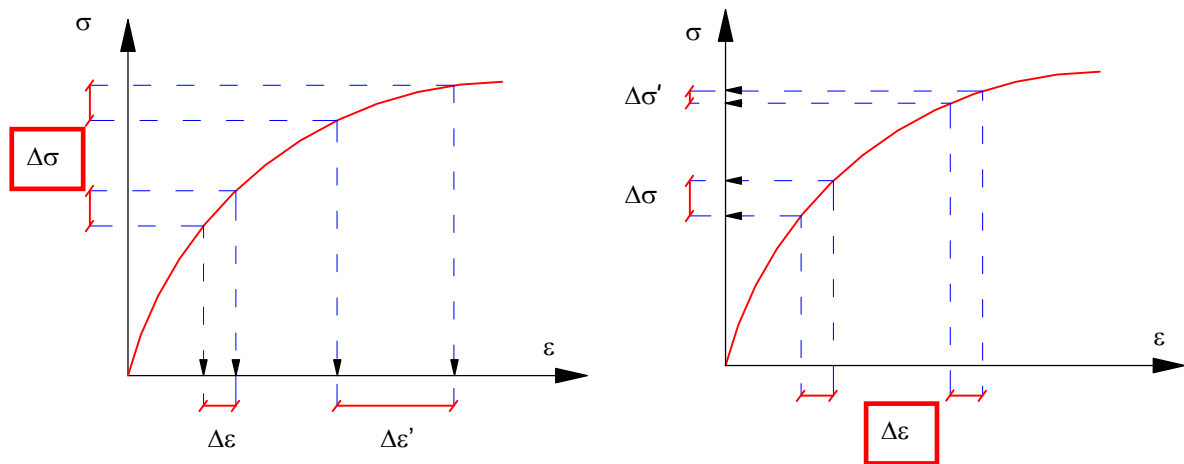


Figure 1-33: Comportement de l'essai à vitesse de chargement imposée et à vitesse de déformation contrôlée

L'influence de la vitesse de déformation est interprétée de façon originale par Suklje (1957) en analysant la procédure de consolidation. Cette influence est appelée «comportement isotach» et correspond à une unique relation entre la contrainte effective (σ'_v), la déformation volumique (ε_v) et la vitesse de déformation volumique ($\dot{\varepsilon}_v$) :

$$\sigma'_v = f(\varepsilon_v, \dot{\varepsilon}_v) \quad (1.6)$$

La Figure 1-34 présente la relation entre fluage et vitesse de déformation qui définit le concept d'âge équivalent (equivalent age) reliant la ligne de la vitesse de déformation (rate-line approach) à la ligne du temps (time-line approach) (Bjerrum, 1967, Hickman & Gutierrez, 2007, De Gennaro & Pereira, 2008). On observe une concordance entre la durée de consolidation ($t_0, 10 t_0, 100 t_0, \dots$) et la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}_{v0}, 10 \dot{\varepsilon}_{v0}, 100 \dot{\varepsilon}_{v0}, \dots$).

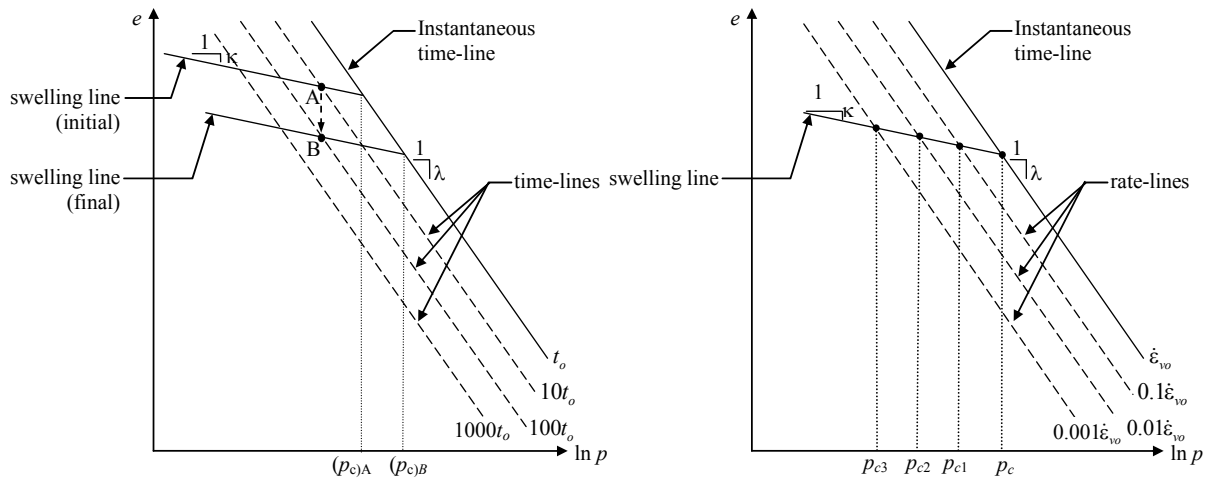


Figure 1-34: Interpolation entre le fluage (time-line) et isotach (rate-line) (Hickman & Gutierrez, 2007)

En conclusion, l'effet du temps sur le comportement mécanique de la craie est mis en évidence. Il est lié étroitement au vieillissement du matériau. Trois types d'essais (fluage, relaxation et changement de vitesse de déformation) sont généralement utilisés pour les géomatériaux comme la craie. La craie semble présenter un comportement dépendant de la vitesse de déformation de type Isotach. Toutefois, des études complémentaires sont nécessaires afin d'appréhender l'influence du temps sur le comportement de la craie.

1.3.5 Modèles de comportement pour la craie

De nombreuses études ont été réalisées sur la modélisation du comportement mécanique de la craie. La modélisation élastoplastique du comportement de la craie a été proposé par Shao & Henry (1991), Siwak et al. (1994) et Mikolajczak et al. (1995). Siwak et al. (1994) ont montré que le comportement mécanique de quatre craies peut être modélisé à partir du modèle élastoplastique de Lade (1977) à deux mécanismes. Cette remarque est en accord avec les résultats obtenus dans le travail de Mikolajczak et al. (1995) en comparant quatre modèles (Cam-Clay modifié, Nova, Lade et Desai) sur des craies blanches.

L'ajout de l'effet du temps dans ce modèle rhéologique a été effectué par Shao et al. (1994), Dahou et al. (1995) au moyen d'un modèle élastoviscoplastique. L'introduction de l'effet de la saturation partielle et du fluide saturant a été menée ensuite par plusieurs auteurs (Plischke, 1994, Piau & Maury, 1994, Papamichos et al., 1997, Homand et al., 1998, Gutierrez et al., 2000, Homand & Shao, 2000, Collin et al., 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005, Xie, 2005, Bordas et al., 2007, Hickman & Gutierrez, 2007, De Gennaro & Pereira, 2008). D'autres approches empiriques ont permis aussi de décrire le comportement visqueux de la craie (Priol et al., 2007). L'intérêt de cette partie porte sur les modèles du comportement hydromécanique de la craie.

1.3.5.1 Modèle de Papamichos et al. (1997)

Dans la modélisation du comportement des sols partiellement saturés, la principale difficulté rencontrée réside dans le fait que la notion de contrainte effective introduite par Terzaghi n'est pas pertinente. On a la même difficulté si l'on considère le comportement des craies partiellement saturées. Le concept de contrainte effective pour les sols non saturés, proposé par Bishop a été appliqué dans l'étude du comportement de la craie partiellement saturée en eau par Papamichos et al. (1997). La contrainte effective est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma'_{ij} = \sigma_{ij} + p_{gas} \delta_{ij} - S(p_{gas} - p_w) \delta_{ij} \quad (1.7)$$

Dans cette formule, σ_{ij} est la contrainte totale, p_{gas} , p_w sont respectivement les pressions des pores du gaz et de l'eau, S est le degré de saturation et δ_{ij} est le symbole de Kronecker. Le degré de saturation S remplace le coefficient χ introduit par Bishop.

Les auteurs ont considéré que la surface de charge initiale de la craie dépend du degré de saturation. Ce modèle élastoplastique est basé sur le critère de Mohr-Coulomb. La surface de charge est décrite par :

$$F(\sigma', \mu, q, p_c, S) = \tau \left[\cos \theta - \frac{\mu}{\sqrt{3}} \sin \theta \right] - \mu(q - p) \sqrt{\frac{p + p_c}{q + p_c}} \quad (1.8)$$

Où : τ est l'intensité de cisaillement, θ est l'angle de Lode, p_c est la pression de préconsolidation et μ est un paramètre équivalent au coefficient de frottement dans le critère de Mohr-Coulomb.

1.3.5.2 Modèle BBM (Alonso et al., 1990)

Alonso et al. (1990) ont adopté deux variables d'état pour décrire un modèle de comportement pour les sols non saturés non gonflants, dit BBM (Barcelona Basic Model).

Dans ces travaux, la succion $s = u_a - u_w$ (u_a , u_w sont alternativement la pression de l'air et de l'eau) et la contrainte nette ($\underline{\sigma}^* = \underline{\sigma} - u_a \underline{1}$) sont utilisées comme variables de contrainte. Le modèle élastoplastique est le modèle Cam-Clay modifié. Deux surfaces de charge sont définies dans le plan (s , p) délimitant le domaine élastique : LC (Loading Collapse) et SI (Suction Increase) (Figure 1-35). Grâce à la définition de ces deux surfaces, ce modèle permet de modéliser plusieurs phénomènes observés expérimentalement comme l'effondrement sous l'humidification à fortes contraintes, le gonflement sous l'humidification à faibles contraintes....

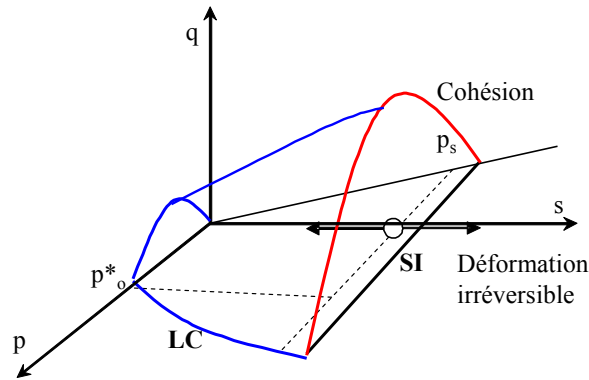


Figure 1-35 : Modèle BBM dans l'espace contrainte triaxiale p, q, s

Le comportement élastique de ce modèle est défini par les équations suivantes :

Déformation volumique :

$$d\varepsilon_v^e = \frac{\kappa}{v} \frac{dp}{p} + \frac{\kappa_s}{v} \frac{ds}{s + p_{atm}} \quad (1.9)$$

Déformation déviatorique:

$$d\varepsilon_s^e = \frac{1}{3G} dq \quad (1.10)$$

Les deux surfaces de charge du modèle BBM sont définies par les relations suivantes :

Surface de charge elliptique :

$$f_1(p, q, s, p_0^*) = q^2 - M^2(p + p_s)(p_0 - p) = 0 \quad (1.11)$$

Surface de charge SI :

$$f_2(s, s_0) = s - s_0 = 0 \quad (1.12)$$

Où :

$$p_s = ks \quad (1.13)$$

$$\text{LC : } \frac{p_0}{p_c} = \left(\frac{p_0^*}{p_c} \right)^{\frac{\lambda(0)-\kappa}{\lambda(s)-\kappa}} \quad (1.14)$$

$$\lambda(s) = \lambda(0) \left[(1-r) \exp(-\beta r) + r \right] \quad (1.15)$$

Les règles d'écoulement non associé sont données par l'expression suivante :

$$\frac{d\varepsilon_v^p}{d\varepsilon_s^p} = \frac{M^2 (2p + p_s - p_0)}{2q\alpha} \quad (1.16)$$

Avec

$$\alpha = \frac{M(9-M)(3-M)}{9(6-M)} \frac{\lambda(0)}{\lambda(0)-\kappa} \quad (1.17)$$

α est un paramètre qui confère à la loi d'écrouissage un caractère non-associé.

Les lois d'écrouissage sont définies ainsi:

En chargement :

$$\frac{dp_0^*}{p_0^*} = \frac{v}{\lambda(0)-\kappa} d\varepsilon_v^p \quad (1.18)$$

En succion :

$$\frac{ds_0}{s_0} = \frac{v}{\lambda_s - \kappa_s} d\varepsilon_v^p \quad (1.19)$$

Les dix paramètres du modèle sont définis comme suit:

$\lambda(0)$: coefficient de compression plastique à succion nulle

κ : coefficient de gonflement (élastique)

λ_s : compressibilité plastique sous augmentation de succion

κ_s : coefficient de gonflement (élastique) sous diminution de succion

p_c : pression de référence

M : pente de la courbe d'état critique sur la plan p :q

G : module de cisaillement élastique

k : paramètre contrôlant l'augmentation de la cohésion avec la succion

r : coefficient de compression plastique minimale

β : paramètre contrôlant le taux de diminution de la compressibilité plastique

Le modèle BBM prévoit la diminution du coefficient de compression plastique avec la croissance de la succion. Cependant, Wheeler et al. (2002) ont remarqué une possible non convexité de la courbe LC pour certaines valeurs des paramètres du modèle BBM. Cette courbe LC définie par (1.14) peut devenir une droite verticale lorsque la pression de préconsolidation (p_0^*) est égale à la pression nette critique (\bar{p}_c). Par ailleurs, il reste encore un problème à régler dans le modèle concernant le point d'entrée d'air, un passage saturé – non saturé.

Delage et al., (1996) ont utilisé le cadre proposé par ce modèle BBM pour interpréter la compaction sous hydratation de la craie de la Mer du Nord. L'objectif est de fournir une interprétation du phénomène de subsidence observé sur les champs pétrolifères lors de l'injection d'eau (water flooding).

Les travaux de modélisation sur la craie de la Mer du Nord conduits dans le cadre des projets EU PASACHALK sont fondés sur le modèle BBM (Pasachalk, 2000, Collin et al., 2002, De Gennaro et al., 2003, Pasachalk, 2004, Priol, 2005). Dans le modèle Pasachalk (Collin et al., 2002), le mécanisme de plastification par l'écrouissage en succion est pris en compte par la courbe LC (Loading Collapse) et il permet de simuler le phénomène de compaction par hydratation (pore collapse). Deux mécanismes plastiques sont matérialisés par deux surfaces, le pore collapse et la rupture due au frottement interne avec un angle de frottement indépendant de la succion. La rupture en tension a été ajoutée pour compléter la surface de charge (Figure 1-36a). Une extension visqueuse de type élastoviscoplastique a été adoptée par ces modèles (Figure 1-36b).

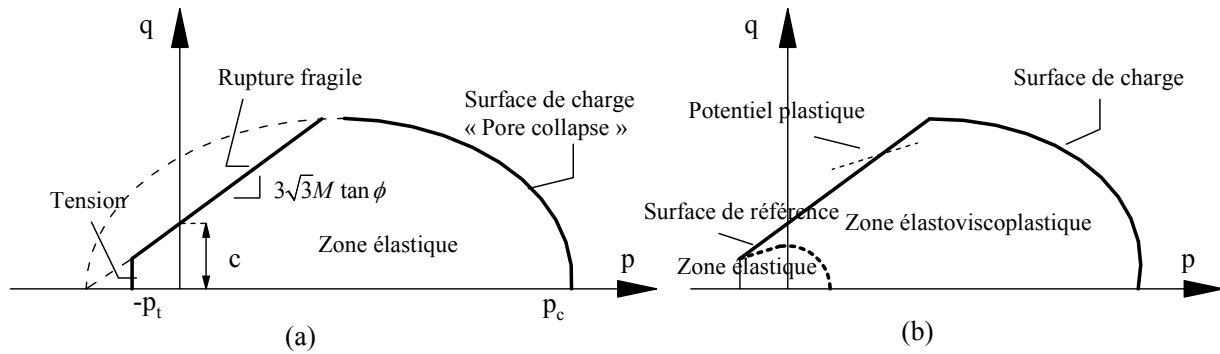


Figure 1-36: Modèles élastoplastiques (a) et élastoviscoplastiques (b) sur la craie de Mer du Nord (Collin et al., 2002, Collin et al., 2002, De Gennaro et al., 2003, Pasachalk, 2004, Priol, 2005)

1.3.5.3 Modèle RASTRA (De Gennaro & Pereira, 2008)

De Gennaro & Pereira (2008) ont développé un modèle intégrant l'effet du temps au moyen de l'effet de la vitesse de déformation. Ce modèle dit RASTRA (RATE of STRAIN model) est basé sur le modèle Isotach proposé par Suklje (1957). Le couplage viscoplastique a été introduit dans le modèle BBM pour étudier le comportement hydromécanique différé de la craie. Le développement de ce modèle est limité aux cas du chargement isotrope. On présentera dans le chapitre 5 plus en détail ce modèle et une extension aux cas des chargements déviatoriques.

1.3.5.4 Synthèse sur le modèle du comportement de la craie

Plusieurs modèles ont été développés pour décrire le comportement de la craie. Les travaux sur le comportement élastoplastique sont assez nombreux. L'effet du temps est introduit dans la plupart des modèles par un comportement de type élastoviscoplastiques. Par contre, le nombre de modèles proposés pour décrire le comportement hydromécanique de la craie à l'état non saturé est très limité. Par ailleurs, le couplage entre la non saturation et les effets visqueux a été partiellement abordé. En s'appuyant sur le modèle BBM (Basic Barcelona Model), le modèle RASTRA (De Gennaro & Pereira, 2008) permet de simuler le comportement hydromécanique de la craie en tenant compte de l'effet du temps au moyen de l'effet de la vitesse de déformation. Une extension de ce modèle aux cas de chargements déviatoriques sera présentée dans le chapitre 5.

1.4 Conclusions

Les résultats *in situ* de la craie d'Estreux ont montré que les massifs rocheux ont subi des cycles saisonniers, hydratation/déshydratation, provoquant des variations des hygrométries ou du niveau d'eau au cours du temps. Il est en effet nécessaire d'étudier le comportement hydromécanique pour caractériser le vieillissement des massifs rocheux dans la craie. La synthèse bibliographique réalisée a mis en évidence les couplages visco-hydromécaniques complexes dus à l'activité de l'eau et à l'effet du temps. D'une part, l'effet de l'eau modifie l'état de contrainte de la craie et provoque l'affaiblissement généralisé de celle-ci et réduit son domaine élastique. D'autre part, l'effet du temps réduit également sa résistance. Par conséquent, l'envahissement d'eau et la faible vitesse de déformation (de l'ordre de $10^{-12}/s$) d'un massif ont des effets défavorables sur le comportement de la craie. A ce jour, le nombre de travaux expérimentaux sur ce sujet est encore très limité.

C'est la raison pour laquelle, dans le cadre de ce travail, les aspects suivants seront considérés:

1. Effet de l'eau: Les études des couplages hydromécaniques, basées sur les concepts de sols non saturés ont été présentées. Ce travail permet de proposer et de développer des dispositifs qui sont nécessaires et recommandés pour une bonne caractérisation du comportement hydromécanique de la craie en laboratoire. Dans le cadre « partiellement saturé », l'effet de l'eau est défini par celui de la succion.
2. Effet du temps: cet effet a été étudié à partir de plusieurs types d'essais tels que le fluage, la relaxation et la vitesse de déformation et/ou chargement. Les essais de fluage et à vitesse de chargement et/ou déformation contrôlée sont les plus utilisés pour étudier le comportement différé de la craie. Il semble que le comportement type « Isotach » est applicable pour la craie lors du changement de la vitesse de déformation. Des essais à vitesse de chargement et/ou déformation contrôlée en laboratoire permettront de confirmer ce comportement.
3. Microstructure de la craie: ces études ont montré que la craie est un milieu poreux avec des vides, de l'eau et des grains de calcite. La cimentation est présente entre ces grains de la craie. Cependant, quel est l'impact de l'eau et du temps à l'échelle microscopique ? Est-ce que cet impact à l'échelle microscopique influence le comportement à l'échelle macroscopique ? Des observations au MEBE apportent une réponse partielle aux questions.

4. Modèles de comportement de la craie: Plusieurs modèles constitutifs ont été développés pour décrire le comportement indépendant et dépendant du temps sous chargement hydriques et mécaniques. Cependant, le nombre de modèles intégrant le couplage hydromécanique et le temps est encore limité.

Chapitre 2 : Propriétés de rétention

Table de matière

2.1	Introduction	51
2.2	Technique de contrôle de succion	52
2.2.1	Méthode par phase vapeur.....	52
2.2.1.1	Principe et dispositif.....	52
2.2.1.2	Etalonnage des capteurs	57
2.2.1.3	Résultat de la méthode par phase vapeur	60
2.2.2	Méthode osmotique	68
2.2.2.1	Principe et dispositif.....	68
2.2.2.2	Résultat de la méthode osmotique.....	70
2.3	Propriétés de rétention d'eau	71
2.4	Discussion.....	72
2.5	Conclusions	75

2.1 Introduction

La stabilité à long terme des carrières souterraines dépend considérablement de l'environnement tel que l'humidité du milieu et les variations de température. Les variations des conditions environnementales participent au vieillissement des massifs rocheux par les processus physiques, chimiques et biologiques. Elles ont donc une grande influence sur le comportement mécanique à court terme et aussi à long terme de la roche. Dans le cas de la carrière d'Estreux et à la lumière des mesures effectuées in situ depuis 2003, on a constaté que la température dans la galerie est assez stable de 11°C et l'humidité relative (HR) varie entre 80% et 100%. Par ailleurs, la variation d'hygrométrie dans l'environnement de la galerie associée au changement d'hydratation du matériau joue un rôle important. C'est pourquoi, dans ce chapitre, on a étudié la propriété de rétention d'eau de la craie. Elle est exprimée par la courbe de rétention qui permet de représenter l'évolution de la succion en fonction du degré de saturation.

La propriété de rétention de la craie a été étudiée en appliquant des concepts et méthodes utilisées dans le cadre des sols non saturés (De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005, Nguyen et al., 2008). La courbe de rétention d'un matériau est souvent déterminée par succions contrôlées telles que la méthode de translation d'axes (Romero, 1999, Saiyouri et al., 1998, Cui et al., 2003, Priol, 2005), la méthode osmotique (Williams & Shaykewich, 1969, Delage et al., 1998, Marcial et al., 2002), la méthode par phase vapeur (Fredlund & Rahardjo, 1993, Delage et al., 1998, Leong & Rahardjo, 2002, De Gennaro et al., 2003, Likos, 2004). Par contre, la porosimétrie au mercure (PAM) est utilisée dans le génie pétrolier (Andersen, 1995, Priol, 2005).

La méthode osmotique et la méthode par phase vapeur ont été appliquées dans cette étude afin de déterminer la courbe de rétention d'eau. Un développement du dispositif expérimental pour la méthode par phase vapeur a été réalisé afin de prendre en compte la déformation axiale et de l'évolution de la masse de l'échantillon au cours de l'essai.

2.2 Technique de contrôle de succion

2.2.1 Méthode par phase vapeur

2.2.1.1 Principe et dispositif

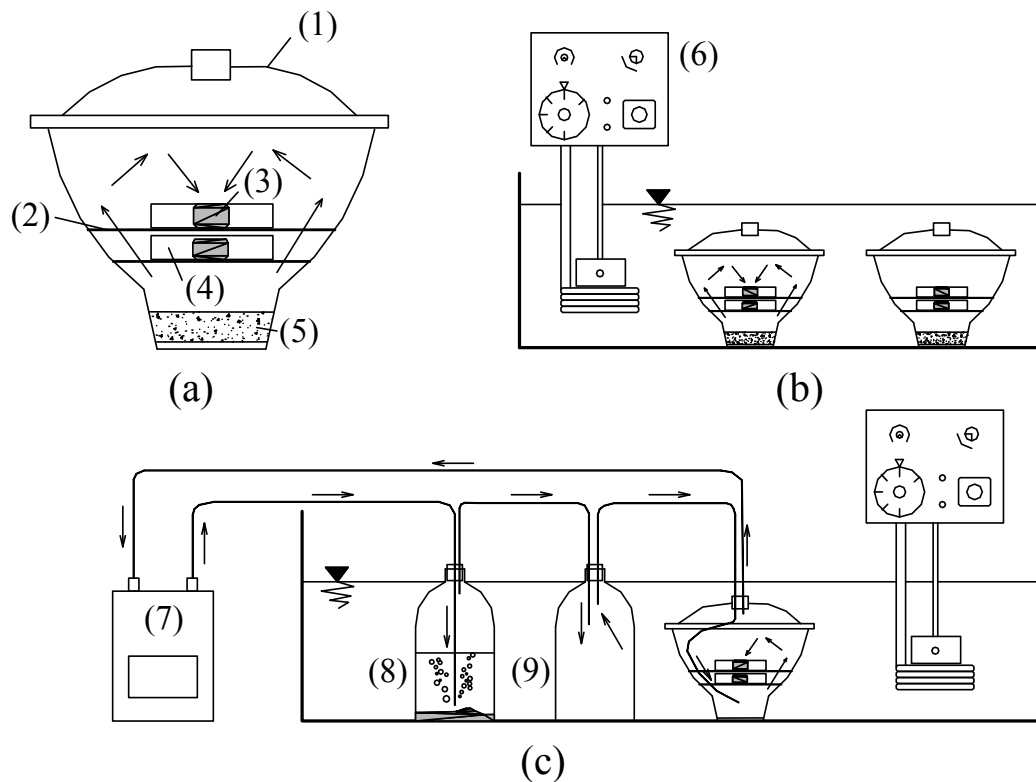
La méthode par phase vapeur est fondée sur le transfert d'eau entre l'échantillon et l'atmosphère en raison du déséquilibre entre le niveau de succion de l'échantillon et celui imposé par la phase vapeur. Elle aboutit à l'équilibre de la pression partielle de vapeur d'eau imposée de l'atmosphère et de la teneur en eau de l'échantillon. Cette méthode permet donc de contrôler la succion totale de l'échantillon par le contrôle de l'hygrométrie de l'atmosphère. La relation entre l'hygrométrie (HR) et la succion est indépendante du matériau. Elle est définie par une des relations fondamentales de la thermodynamique, la loi de Kelvin, dont l'expression est:

$$s_o = u_a - u_w = -\frac{\rho_w}{M_w} RT \ln\left(\frac{P}{P_0}\right) = -\frac{\rho_w}{M_w} RT \ln(HR) \quad (2.1)$$

avec u_w : la pression de l'air et de l'eau, ρ_w : la masse volumique de l'eau, M_w : la masse molaire de l'eau, $M_w = 18 \text{ gmol}^{-1}$, R : la constante des gaz, $R = 8.3143 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$, T : la température absolue ($^{\circ}\text{K}$), $HR = \frac{P}{P_0}$: l'humidité relative: rapport entre la pression partielle de vapeur d'eau et la pression de vapeur d'eau saturée.

La Figure 2-1a représente un montage expérimental classique suivant le principe de la méthode à succion contrôlée par phase vapeur. L'échantillon est mis dans une coupelle et l'ensemble est placé dans un dessiccateur étanche qui contient une solution servant à imposer une HR constante à une température constante. La solution utilisée peut être une solution d'acide sulfurique saturée ou à concentration contrôlée (Romero, 1999, Villar, 1999), des solutions salines saturées (Delage et al., 1998, Saiyouri et al., 2000, Loiseau, 2001, Marcial, 2003, Priol, 2005, Tang, 2005) ou à concentration contrôlée (Fredlund & Rahardjo, 1993, Leong & Rahardjo, 2002) ou des solutions de PEG 20000 (De Gennaro et al., 2004, Priol, 2005). L'échange de vapeur d'eau, entre l'échantillon et l'atmosphère dans le dessiccateur créé par la solution se produit dès la mise en place. En pesant régulièrement la masse de l'échantillon, on peut déterminer l'état d'équilibre des échanges de vapeur d'eau lors de la stabilisation de sa masse. La valeur de succion de l'échantillon est égale à celle imposée par la

solution. La durée de l'équilibre des échanges de vapeur d'eau dépend de la taille et la nature (porosité, etc...) de l'échantillon et du différentiel de succion à l'état initial.



- | | | |
|------------------------|----------------------------|------------------------------|
| (1): Dessiccateur | (2): Grille de support | (3): Echantillon |
| (4): Coupelle en verre | (5): Solution | (6): Thermostat |
| (7): Pompe pneumatique | (8): Bouteille de solution | (9): Bouteille intermédiaire |

Figure 2-1: Schéma du dispositif de la méthode par phase vapeur (a) classique, (b) dans un bain thermostaté, (c) avec la circulation d'air

Pour des raisons de sécurité, on a privilégié dans nos travaux l'utilisation de solutions salines pour contrôler l'HR. Multon et al. (1991) ont montré que l'HR d'une solution saline dépend de sa teneur en eau. Il existe trois phases pour une solution saline. La première phase correspond à une teneur en eau très faible, il crée un ou plusieurs hydrates, l'HR n'est pas constante; la seconde phase correspond à l'équilibre de la phase liquide et des cristaux s'établit, on obtient alors une HR constante dépendant de la solution saline; la troisième phase correspond à une teneur en eau importante, la solution est diluée, l'HR est une fonction de la concentration de la solution saline. Cette fonction est déterminée à l'aide des relations empiriques (Lang, 1967 et Mac Mullin, 1969 cité par Romero, 1999) vis-à-vis la solution saline NaCl. Pour la molalité de soluté m (rapport entre le nombre de mol de NaCl et le kilogramme de l'eau pure) supérieure à 3.0 mol/kg (Mac Mullin, 1969), elle s'exprime :

$$HR(m,T)=1 - 0,035m - m(m-3)(1,9772 \times 10^{-3} - 1,193 \times 10^{-5} T) \quad (2.2)$$

Dans ce cas où l'HR dépend de la molalité de soluté et de la température, Lang, 1967 a proposé une expression empirique indépendante de la température pour m inférieure à 3 (mol/kg) :

$$HR(m)=1- 0,035m - 1,1421 \times 10^{-3} m(m-3) \quad (2.3)$$

La Figure 2-2 présente une synthèse par Romero (1999) des données empiriques de la succion à différentes températures avec la solution saline NaCl de Lang (1967) et de Mac Mullin (1969). En pratique, il est très difficile de contrôler la valeur d'HR élevée en raison de la faiblesse du soluté. Romero (1999) a donc appliqué une succion supérieure à 3 MPa pour la méthode par phase vapeur.

L'HR de solutions salines a une sensibilité à la température (Schneider, 1960, Multon et al., 1991 et Tang, 2005). Delage et al. (1998) ont donc montré la nécessité de mettre le dessiccateur dans un bain thermostaté afin de maintenir la température constante (Figure 2-1b).

En général, la durée de l'équilibre des échanges de vapeur d'eau entre l'échantillon et l'atmosphère est longue. Marcial et al. (2002) ont développé une technique pour réduire cette durée par l'utilisation d'une circulation d'air en circuit fermé en déterminant la propriété de rétention d'eau des argiles (FoCa7, Kunigel VI et MX80). La circulation d'air, qui est assurée par une pompe pneumatique, relie la solution saline à l'air ambiante contenant l'échantillon (Figure 2-1c). Tang (2005) a confirmé la fiabilité de cette technique à l'étude de la propriété de l'argile MX80. Priol (2005) a appliqué cette technique pour la craie de Lixhe et d'Estreux.

En appliquant la circulation d'air, en circuit fermé, on propose un développement du dispositif permettant de déterminer la déformation et de mesurer la masse de l'échantillon au cours de l'essai de rétention d'eau. Ce dispositif est présenté sur la Figure 2-3. L'HR est assurée par un générateur d'HR, General Eastern, modèle C1 (Tableau 2-1). Ce générateur d'HR fournit une HR fixe dans une chambre plastique transparente située sur la balance. Le capteur d'HR et le capteur PT100 vérifient l'HR et la température autour de l'échantillon. Le capteur de déformation situé sur un système de fixation permet de mesurer la déformation axiale de l'échantillon. C'est un capteur de déplacement sans contact à courant de Foucault

(Tableau 2-2). Le principe de ce capteur est basé sur un flux magnétique associé aux courants de Foucault qui s'oppose à celui du bobinage. Parce que la craie n'est pas conductrice, il faut coller une cible sur l'échantillon. Lors que la distance cible/bobinage change, l'inductance du bobinage et le flux du système sont modifiés. Il en découle une modification de l'impédance et de la tension du bobinage. Cette interaction entre le bobinage et les champs magnétiques des courants de Foucault fournit la base de la détermination de la position cible/bobinage. Grâce à ce principe, ce capteur est extrêmement précis ($\pm 0,2\mu\text{m}$), très rapide et surtout insensible à l'environnement (HR) et stable à long terme.

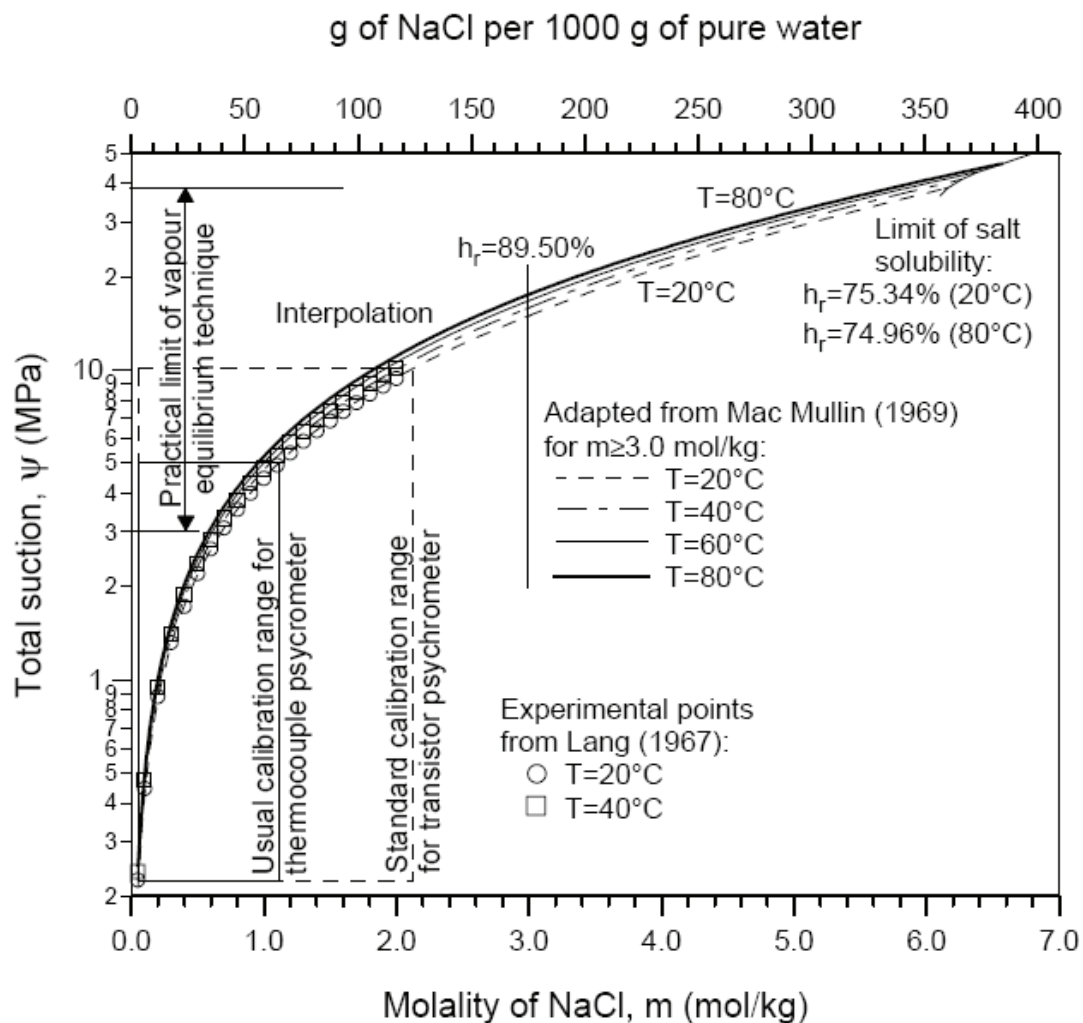


Figure 2-2: Succion totale à différentes températures avec la solution NaCl (Romero, 1999)

Toutes les mesures (déformation axiale, température, HR, ...) sont enregistrées par l'ordinateur. L'ensemble est placé dans une salle climatisée avec la fluctuation de température égale à $\pm 1^\circ\text{C}$. Ce qui permet de maintenir la température constante pendant l'essai. L'utilisation du générateur d'HR évite la dégradation par corrosion de la balance dans ce

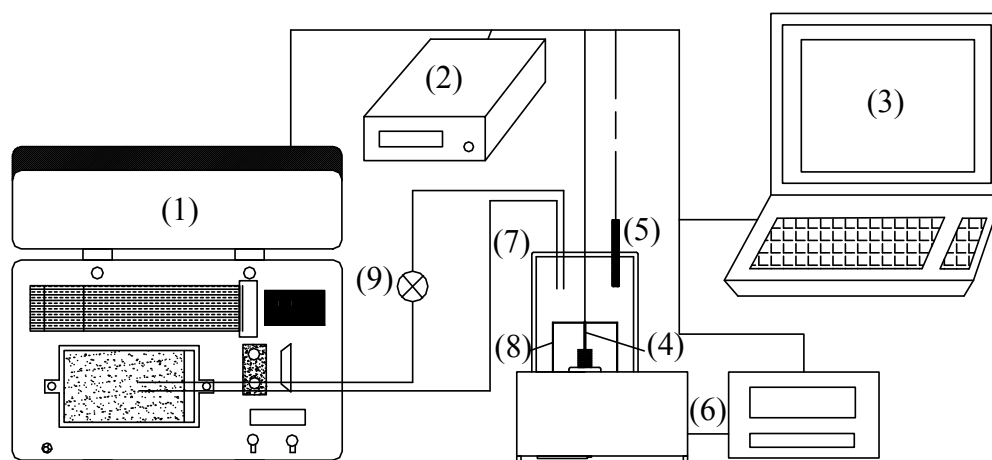
système expérimental par rapport aux solutions salines. Elle permet de réaliser facilement des cycles imbibitions et drainages pour un seul échantillon. En plus, l'essai réalisé sur un seul échantillon résout le problème d'hétérogénéité du matériau. Ce dispositif permet donc de mesurer la masse de l'échantillon en continu. Il n'est donc pas nécessaire de sortir l'échantillon après quelques jours pour peser. La durée du temps de l'essai est donc considérablement réduite.

Tableau 2-1: Spécifications du générateur HR

Spécifications	Générateur Hr-General Eastern, model C1	
Méthode	Flux divisé	
Gamme de précision	0-99%, 35-100°F (2-38°C)	
Répétabilité	0,2%Hr	
Précision	0-10%	± 4,0%
	10-20%	± 2,0%
	20-80%	± 1,0%
	80-90%	± 2,0%
	90-99,9%	± 4,0%
Débit d'entrée de gaz sec	5l/min sous faible pression moins de 0,3 bars	
Temps d'équilibre thermique	au moins 15min	
Stabilité	0,2%Hr	
Dimensions de chambre	3,2"x5,8"x3,7"DP	

Tableau 2-2: Spécifications du capteur de Foucault

Spécifications	Capteur de Foucault U5B
Etendue de mesure	1,25 mm
Décalage Zéro	0,25 mm
Résolution	0,05 μ m
Plage de température	-25 à 125°C
Cible	Aluminium 6061



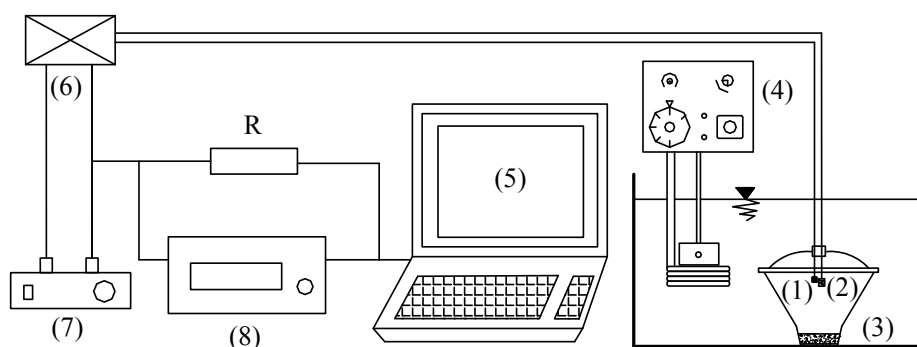
- | | | |
|------------------------------|------------------------------|------------------|
| (1) : Générateur d'HR | (2) : Multimètre | (3) : Ordinateur |
| (4) : Capteur de déformation | (5) : Capteur d'HR et PT 100 | (6) : Balance |
| (7) : Chambre d'échantillon | (8) : Système de fixation | (9) : Pompe |

Figure 2-3: Schéma du dispositif de la méthode phase vapeur tenant compte de la déformation

2.2.1.2 Etalonnage des capteurs

Afin de suivre l'HR et de mesurer la déformation ainsi que la masse de l'échantillon au cours de l'essai de rétention, le premier travail est de faire l'étalonnage des capteurs. Il consiste à trouver la relation entre la tension du capteur et une valeur de HR de référence connue.

En ce qui concerne le capteur d'HR, l'étalonnage est fait par des solutions salines saturées à température constante. La solution saline saturée est mise dans un dessiccateur immergé dans un bassin thermostaté. Les capteurs HR et PT 100 sont alimentés par l'alimentation ELC Al942 et branchés au multimètre Agilent 34790A. Ce dernier est connecté à l'ordinateur pour l'enregistrement des signaux des capteurs (Figure 2-4).



- | | | |
|------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| (1) : Capteur PT100 | (2) : Capteur d'HR | (3) : Solutions salines saturées |
| (4) : Thermostat | (5) : Ordinateur | (6) : Boîte électronique RHT2-iR-5 |
| (7) : Alimentation elc-AL942 | (8) : Multimètre Agilent 34790A | |

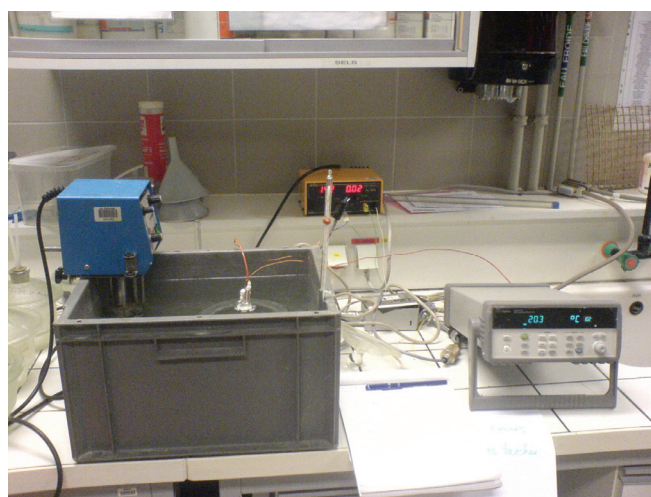


Figure 2-4: Schéma et photographie du dispositif de l'étalonnage du capteur d'HR par solutions salines

La Figure 2-5 présente la stabilisation de la tension du capteur HR et la température autour de l'échantillon en fonction du temps pour une solution K_2SO_4 saturée. Après 40 minutes de fluctuation, l'atmosphère dans le dessiccateur devient plus équilibrée et stable. Comme

l'indique la figure, la température est maintenue stable ($20 \pm 0,1^\circ\text{C}$). On obtient alors un point sur la courbe d'étalonnage du capteur à 20°C correspondant à la valeur de la tension du capteur HR (4.013V) équivalent à l'HR de K_2SO_4 (97%) après 1h30.

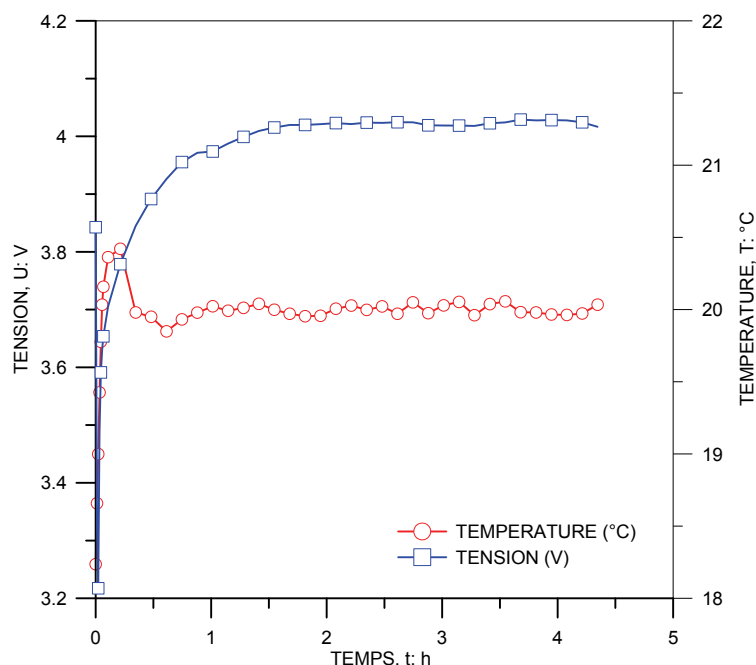


Figure 2-5: Variation de tension et de température en fonction du temps de solution saturée K_2SO_4

Tableau 2-3: Relation nature de solutions salines saturées – HR- Succion – Température (Schneider, 1960, Multon et al, 1991 , Delage & Cui, 2000, Tang, 2005)

Solution saline	Humidité relative (%)		Succion (MPa)	
	T = 20°C	T = 25°C	T = 20°C	T = 25°C
K_2SO_4	97,0	-	4,2	-
KNO_3	93,7	-	8,9	-
KCl	86,0	85,0	20,7	22,4
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	83,5	-	24,8	-
NaCl	76,0	75,5	37,7	38,7
NaNO_3	75,0	74,0	39,5	41,4
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	54,0	-	84,7	-
MgCl_2	34,0	33,2	148,2	151,7

De même façon, on a utilisé huit solutions salines saturées à 20°C (K_2SO_4 , KNO_3 , KCl, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, NaCl, NaNO_3 , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, MgCl_2) et quatre à 25°C (KCl, NaCl, NaNO_3 , MgCl_2) dans cet étalonnage (Tableau 2-3). La Figure 2-6 montre les résultats d'étalonnage de capteur HR à 20 et 25°C . Ces résultats montrent une relation linéaire entre la tension de capteur HR et l'HR pour les deux températures (20 et 25°C). A une même tension, plus la température est élevée, plus l'HR est petite.

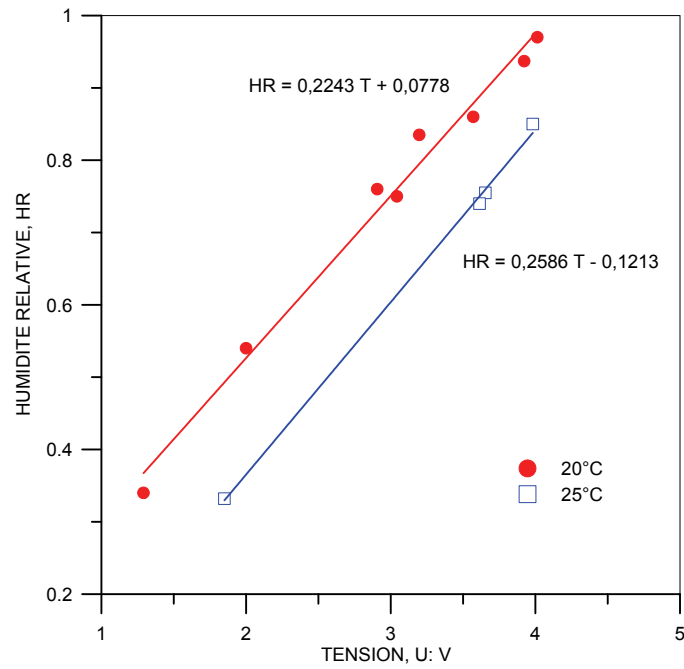


Figure 2-6: Etalonnage du capteur HR, évolution de la tension en fonction d'HR

Enfin, le capteur de Foucault est étalonné avec un système d'étalonnage de capteur Mitutoyo (Figure 2-7). Une relation linéaire entre la tension et le déplacement de ce capteur est aussi identifiée (Figure 2-8).

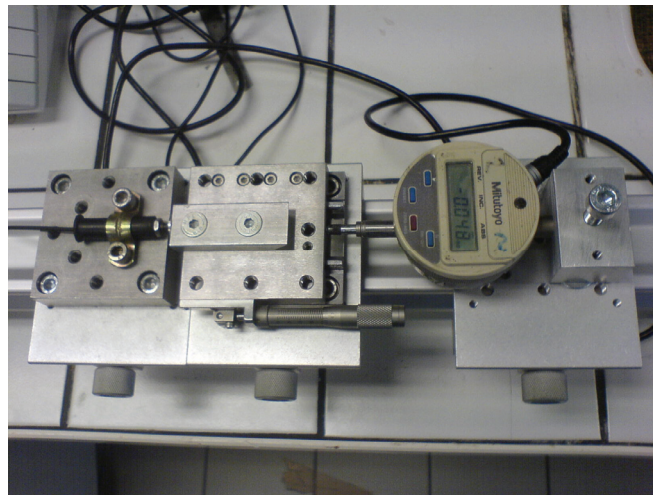


Figure 2-7: Photographie du système d'étalonnage du capteur de Foucault

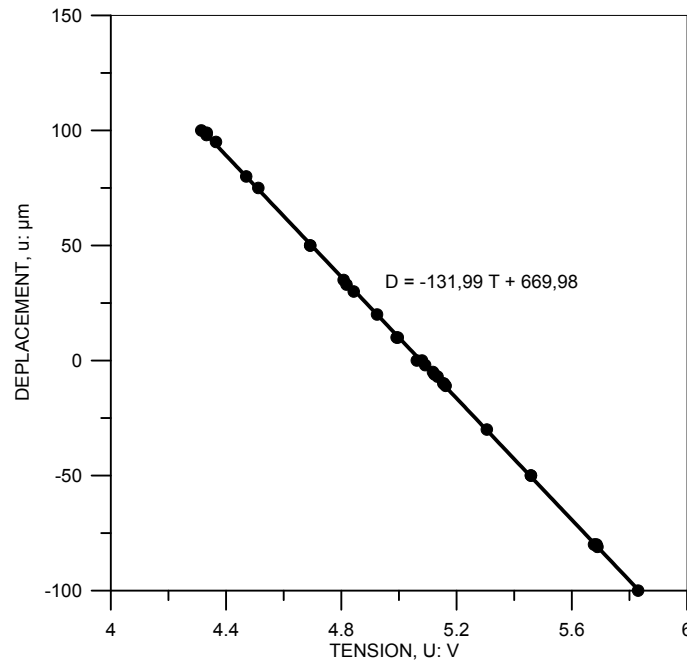


Figure 2-8: Etalonnage du capteur de Foucault, évolution de la tension en fonction du déplacement

2.2.1.3 Résultat de la méthode par phase vapeur

L'échantillon utilisé dans ce dispositif doit avoir une dimension adaptée au système de fixation et à la dimension de la cible du capteur de Foucault. Il a une dimension de 20x23 mm. L'échantillon a été réalisé au moyen d'un carottier de diamètre 20 et d'une mini-tronçonneuse. Cette préparation est davantage abordée dans le chapitre 3.

Dans un premier temps, sans le capteur de Foucault, on a fait des essais sans mesure de la déformation au cours de l'essai de rétention. Ce dispositif est indiqué sur la Figure 2-9. Il est à noter que le capteur d'HR est un capteur résistif avec une précision à 2 %. Par conséquent, si l'on veut appliquer une forte HR (98-100 %), le capteur peut indiquer une valeur supérieure à 100%.

L'échantillon de craie est séché à l'étuve à 60 °C pendant 48 heures (Priol, 2005) lorsque sa masse atteint l'état d'équilibre. Après être sorti de l'étuve, l'échantillon est mis dans une salle de laboratoire ($T = 20 \pm 1$ °C, HR = 60-70 %) pendant une semaine. Les caractéristiques de l'échantillon sont présentées dans le Tableau 2-4. Puis, on a réalisé de cycles d'imbibition/drainage (Figure 2-10a).

Le premier cycle d'imbibition/drainage est présenté dans la Figure 2-10c. La température pour ce premier cycle, est d'environ $20,5 \pm 0,5$ °C (Figure 2-10b).

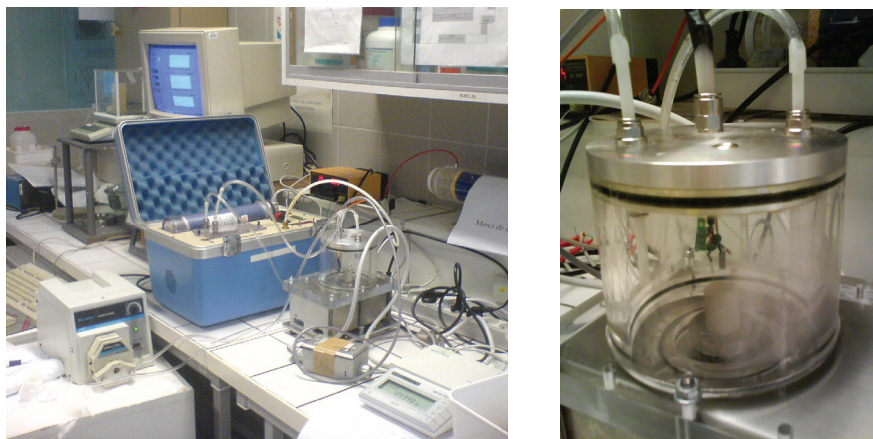


Figure 2-9: Photographie du dispositif de méthode phase vapeur en absence de capteur Foucault

Dans la première étape, le générateur d'HR a appliqué une HR à 80 % dans la chambre d'échantillon pendant 139 heures. Cependant, la phase de stabilisation d'HR n'a pas été atteinte. Elle a été augmentée de 79 % à 84,7 % puis à 91,6 %. L'absorption d'eau de l'échantillon de craie est plus importante à partir d'HR de 84,7 % par l'augmentation de pente du degré de saturation. Le degré de saturation de la craie est passé de 4,37 % à 4,56 % et ensuite à 4,72 %. On a constaté que les gels de silice du dessiccateur dans le générateur d'HR sont complètement humidifiés par le changement de couleur de bleu foncé à rose. L'air fourni au mélange dans le générateur d'HR n'est pas totalement sec et par conséquent, l'HR a été augmenté par la vapeur saturée. Après remplacement du gel de silice du dessiccateur, on a ajouté un grand tube qui permet d'améliorer le contrôle de l'HR.

Dans la seconde étape, l'HR dans la chambre d'échantillon mesurée par le capteur d'HR a été stabilisée à $98,5 \% \pm 2 \%$ par le générateur d'HR imposé à 98 %. Le degré de saturation a évolué de 4,94 % à 5,57 % pendant 92 heures. Le remplacement du gel de silice durant 20 minutes a fait un léger effet sur le degré de saturation au départ dans cette étape. En effet, ce dernier est plus faible au départ.

Dans la troisième étape, le générateur d'HR a été appliqué de 98 % à 100 %, l'HR a donc augmenté de $98,5 \% \pm 2 \%$ à $100 \% \pm 2 \%$. L'absorption d'eau de la craie s'est stabilisée après 71 heures. Malgré la forte HR ($100 \% \pm 2 \%$) appliquée sur l'échantillon, le degré de saturation n'est que de 6,28 %. La couleur blanche de la craie qui a été observée l'a confirmé. Priol, 2005 a constaté ce phénomène lors de l'HR à 97 % (K_2SO_4), à 98,2 % et 98,5 % (PEG à concentration contrôlée). En plus, il est très difficile d'avoir une forte HR constante avec la variation de température au niveau du macro-essai au laboratoire.

Dans la quatrième étape, au cours de la phase de drainage, le degré de saturation a baissé rapidement de 6,28 % à 4,41 % pendant 33 heures. La faible durée de diminution d'HR imposée a suffisamment accompagné la baisse du degré de saturation. Ce résultat confirme l'efficacité de la petite taille de l'échantillon pour la durée de stabilisation. Il est intéressant de noter que la petite taille sur une grande surface ouverte de l'échantillon optimise la capacité d'absorption d'eau et diminue la durée de la stabilisation. Ce résultat est en accord avec les observations sur l'argile MX 80 par Tang (2005).

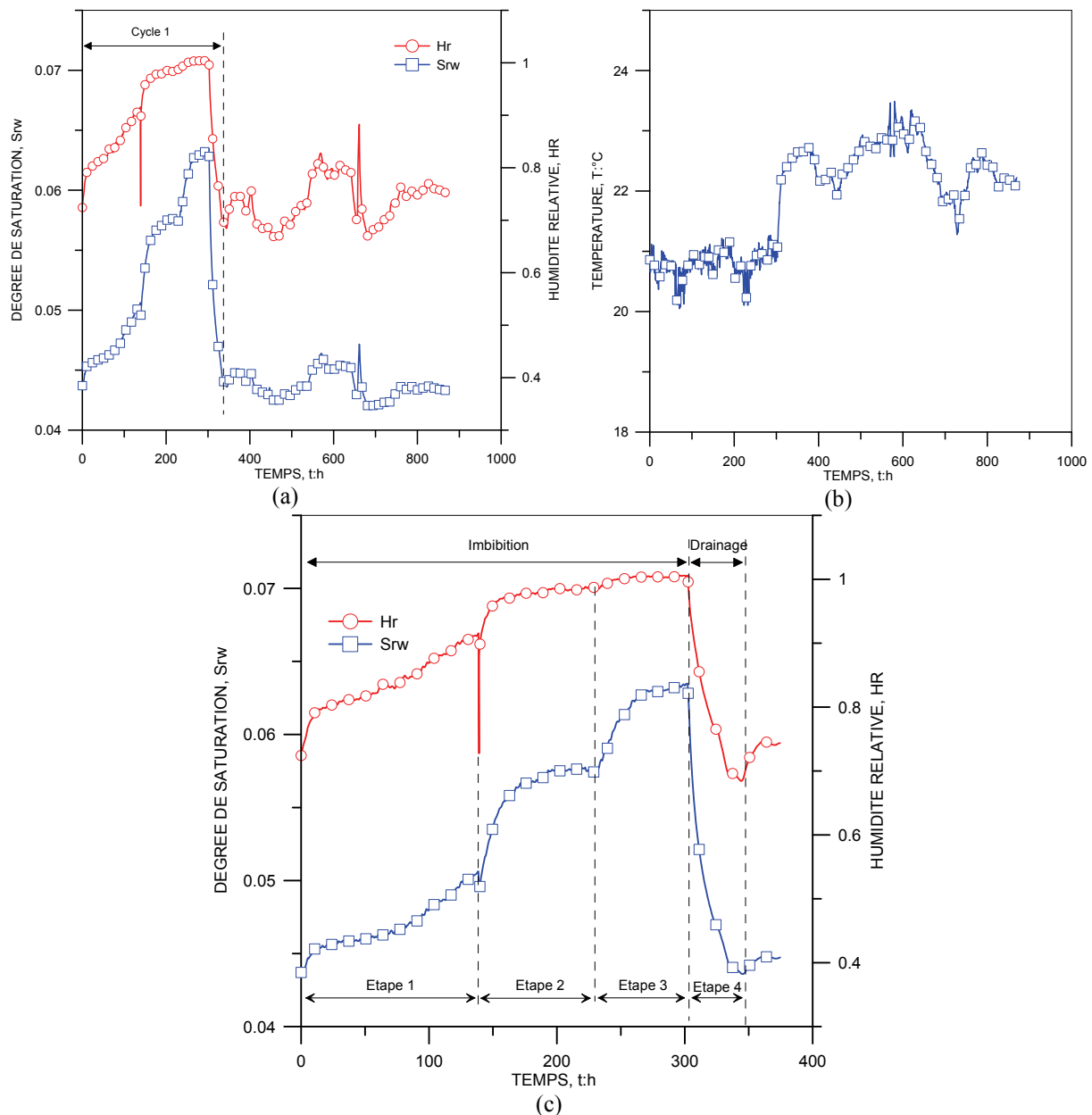


Figure 2-10: Evolution du degré de saturation, de l'humidité relative (a, c) et de la température (b) en fonction du temps au cas du dispositif en absence du système de mesure de déplacement

A partir de la quatrième étape, le générateur d'HR a été réglé à 98 % mais l'HR imposée dans la chambre d'échantillon a diminué jusqu'à 69 % correspondant à l'HR ambiante. Par la suite, même une HR de 100 % a été imposée mais l'HR dans la chambre d'échantillon était variable et n'était pas contrôlable. Après vérification de la boîte qui contient l'eau dans le générateur et du gel de silice dans le dessiccateur, on a conclu que le générateur d'HR était en panne.

C'est la raison pour laquelle, on a dû remplacer le générateur d'HR par des bouteilles de gel de silice (HR \approx 36 %) et d'eau déminéralisée (théoriquement, HR = 100 %) pour étudier deux cas extrêmes (sec et saturé) avec le système de fixation (Figure 2-11). Le débit de la pompe pneumatique ($q_{\max} = 6\text{l/min}$) peut être réglé qualitativement en réglant le vis de la sortie.

Tableau 2-4: Caractérisations de l'échantillon

Diamètre sec D(mm)	Hauteur sèche h(mm)	Masse sèche m_{sec} (g)	Masse saturée m_{sat} (g)	e
19,753	23,303	12,467	14,916	0,573

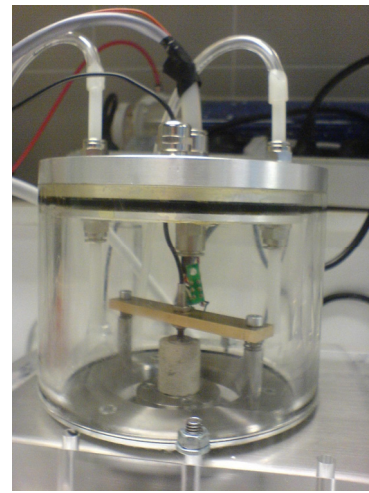
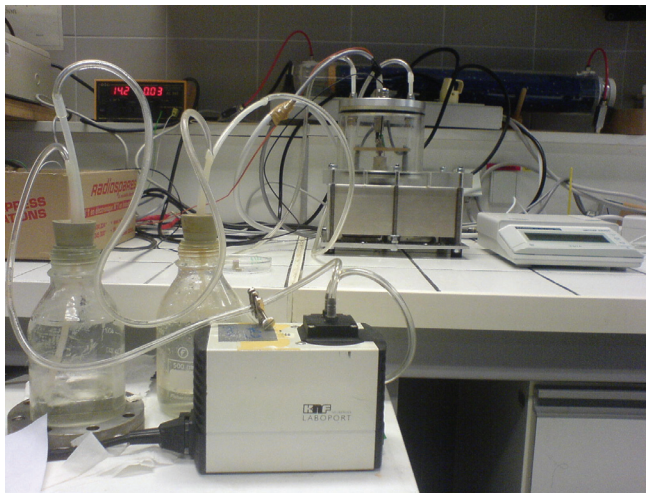


Figure 2-11: Photographie du montage expérimental

Dans ce cas, les résultats des essais effectués sans capteur de déformation de Foucault sont présentés sur la Figure 2-12. Comme l'indique cette figure, après la mise en place de bouteille, l'échantillon est soumis aux quatre cycles hydratation/déshydratation. Pendant chaque cycle, la variation de température au niveau de laboratoire est faible ($\pm 0,5$ °C). En imposant un débit faible à la pompe pneumatique, le premier et troisième cycle ont été

effectués sans la condensation d'eau dans la chambre d'échantillon. La stabilisation de la masse est obtenue dès 25 heures avec un degré de saturation de 6,8 % pour le premier cycle et de 6 % pour le 3^e cycle au cours de la saturation. On a observé un décalage similaire (0,8 %) du degré de saturation après le drainage entre ces deux cycles (2,7 % contre 1,9 %). La même durée de stabilisation au cours du drainage a été observée sur les trois cycles.

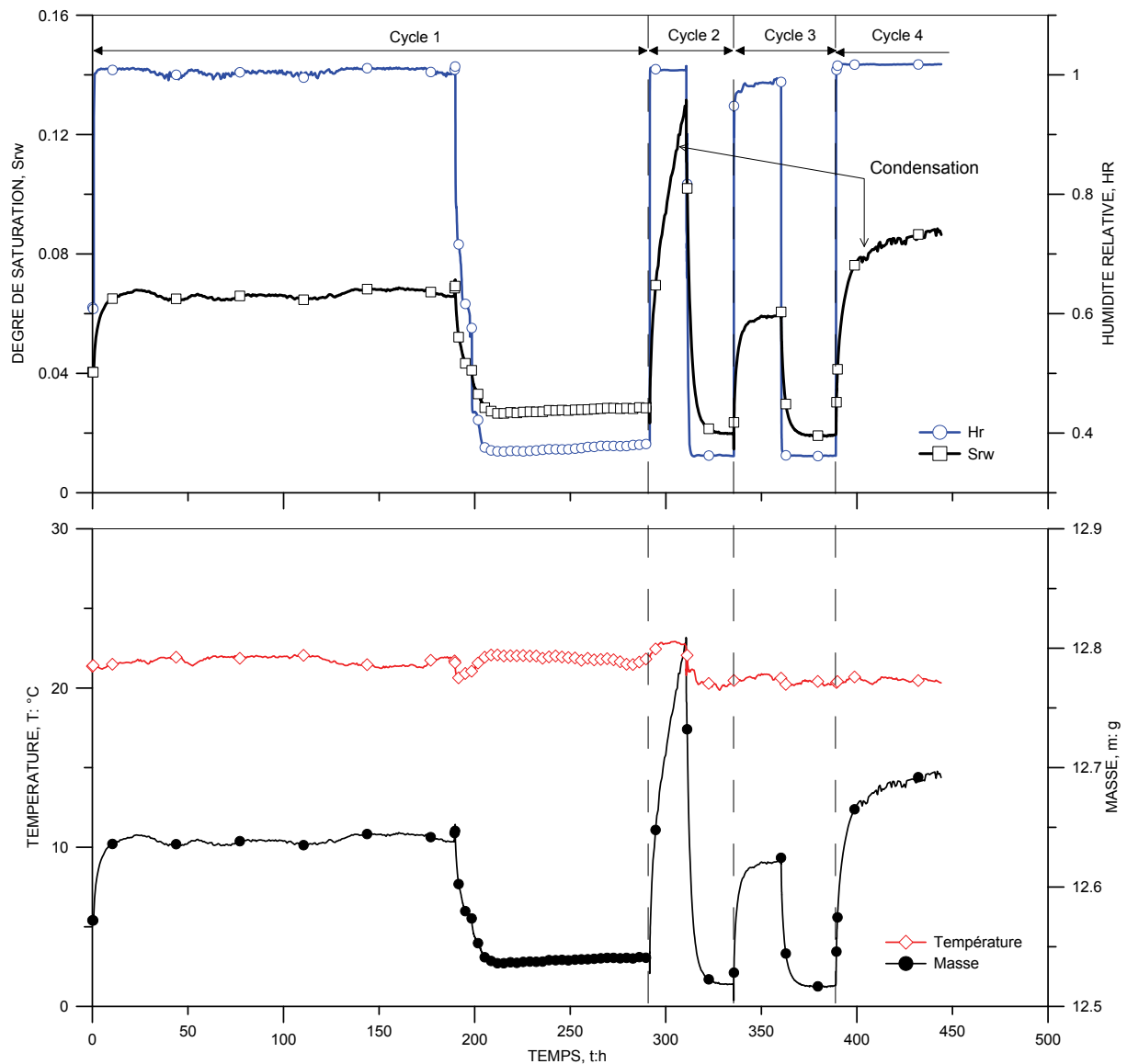


Figure 2-12: Evolution du degré de saturation, de l'humidité relative, de la température et de la masse au cours de l'essai de rétention par phase vapeur aux cas extrêmes

On a augmenté le débit de la pompe pneumatique dans le second et quatrième cycle, la condensation dans la chambre d'échantillon est apparue. Comme dans le second cycle, le degré de saturation est monté rapidement à 13% pendant 20 heures. En fait, la masse d'eau condensée sur la balance s'ajoute à la masse de l'échantillon. C'est pourquoi, en évitant

l'erreur dans la mesure et aussi le dommage de la balance en présence d'eau, on s'est arrêté et par la suite, la désaturation a été effectuée. Comme le capteur d'HR est résistif, il est possible que l'indication de l'HR mesurée soit supérieure à 100 %. Ces résultats confirment la limite de la méthode par phase vapeur pour des valeurs de HR supérieures à 98 % et montrent que la craie d'Estreux absorbe très peu d'eau pour la forte HR même si l'on a appliqué l'HR à 100 % en théorie. Encore une fois, ces résultats sont en accord avec les études préliminaires sur la craie d'Estreux de Priol, 2005 en imposant l'HR à 97 %, 98,5 % et 98,2 %.

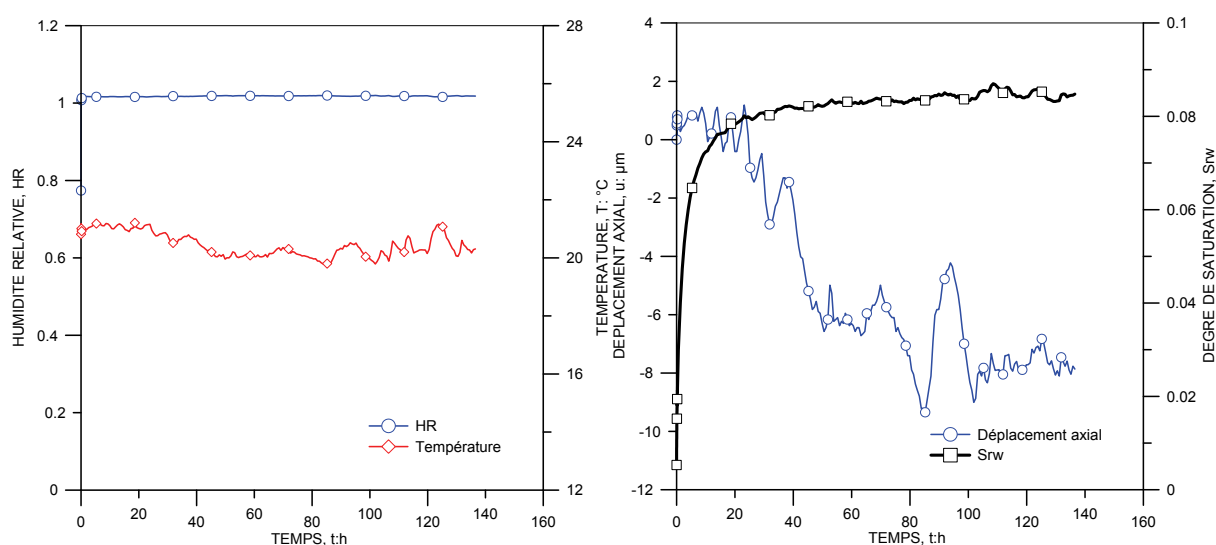


Figure 2-13: Evolution de l'humidité relative, de la température, du déplacement axial et du degré de saturation, essai TC3.

Pour l'étude la déformation au cours de l'imbibition de la craie d'Estreux, deux essais TC3 et TC5 ont été effectués avec le capteur de Foucault. Les résultats de l'essai TC3 sont présentés dans la Figure 2-13. L'échantillon à l'état initial sec a été humidifié avec une bouteille d'eau déminéralisée pendant 136 heures. La température est restée entre 20 °C et 21 °C (variation de 0,5 °C). L'HR a atteint 100 % dès avoir lancé l'essai. Au cours de cette imbibition, le degré de saturation s'est élevé à 8,3 %, ce qui est compatible avec les essais précédents. Comme l'indique cette figure, pendant les premières 23 heures, la craie a quasiment retenu la totalité de l'eau absorbée ($S_{rw} = 8\%$), la déformation axiale de l'échantillon était presque nulle, voire contractante, et d'un coup, l'échantillon a gonflé principalement de $-1\ \mu\text{m}$ jusqu'à $6,5\ \mu\text{m}$ pendant 40 heures. La fluctuation du déplacement axial observée entre 80 et 102 heures est liée à la sensibilité du capteur de Foucault. En fait, au moment où cet essai TC3 a été réalisé, un agitateur a provoqué une vibration sur le plancher de travail. La stabilisation du gonflement a été atteinte après l'arrêt de cet agitateur. Cependant, on peut considérer que le

déplacement maximal de cet échantillon est de 9 μm lors de l'imbibition. L'essai TC5 a été réalisé pour vérifier la bonne répétabilité. L'échantillon de même taille à l'état initial sec a été soumis à l'imbibition. Le gonflement de l'échantillon a été aussi observé pendant l'essai TC5, par contre il s'est passé une absorption importante d'eau. Ce résultat confirme un gonflement permanent de la craie d'Estreux au cours de l'imbibition.

Les résultats sur la déformation axiale de la craie en imbibition des essais TC3 et TC5 sont rassemblés au Tableau 2-5. Si l'on admet que le gonflement est isotrope, la variation volumique de la craie qui passerait de HR = 40 % à HR = 100 % par phase vapeur serait de 0,107% en moyenne.

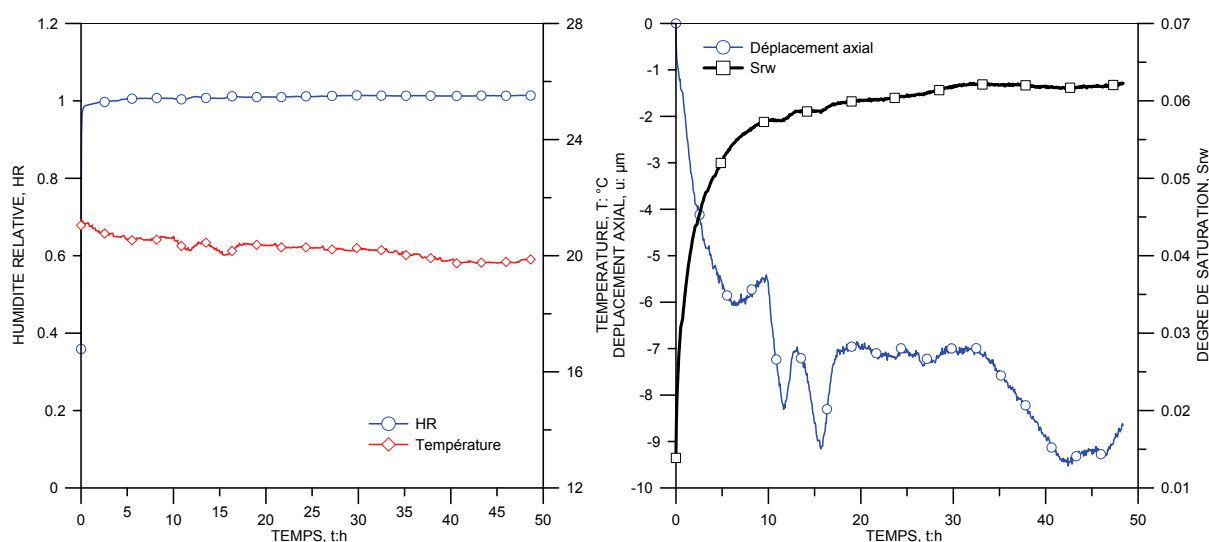


Figure 2-14: Evolution de l'humidité relative, de la température, du déplacement axial et du degré de saturation, essai TC5.

Tableau 2-5: Mesure de la déformation de la craie en imbibition (HR = 100%)

Echantillon	Temps de stabilisation (heure)	Gonflement (μm)	Déformation axiale (%)
TC3	50	8,105	0,0348%
TC5	30	8,586	0,0368%
Moyenne	40	8,346	0,0358%

Du fait de la négligence de l'effet hydrique sur la déformation, de la durée de l'essai, on a fait des essais TC6 et TC8 avec des échantillons de petites tailles ($h = 15\text{mm}$ et $\Phi = 7,5\text{mm}$). Comme montré sur la Figure 2-15, Figure 2-16, quatre heures ont été nécessaires pour la stabilisation de ce petit échantillon en imbibition et en drainage. Une fluctuation du degré de saturation pour l'essai TC8 a été observée (Figure 2-16). Ceci pourrait être expliqué par la

petite taille de l'échantillon ainsi que par la pression de circulation d'air. Par contre, une suite d'évolution du degré de saturation a été observée pour l'essai TC6 effectué en condition ambiante sans circulation d'air.

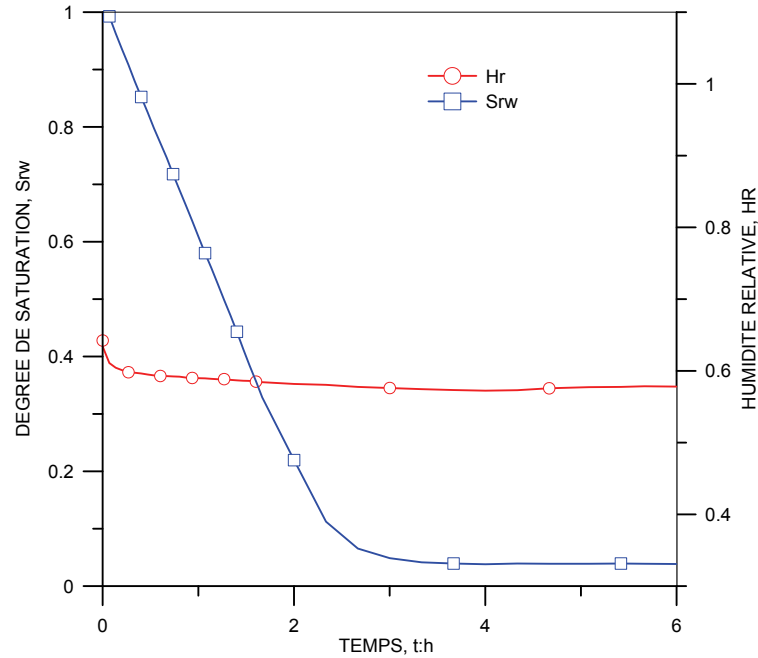


Figure 2-15: Evolution du degré de saturation et de l'humidité relative de l'essai TC6

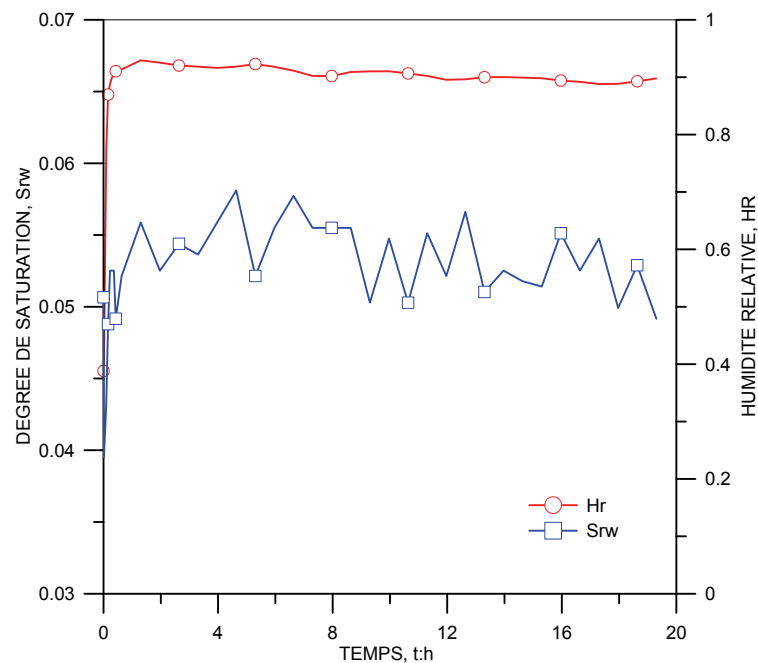


Figure 2-16: Evolution du degré de saturation et de l'humidité relative de l'essai TC8

Tableau 2-6: Récapitulation des résultats, méthode par phase vapeur

Echantillon				Imbibition			Drainage		
D(mm)	h(mm)	m _{sat}	m _{sec}	HR(%)	s(MPa)	Srw(%)	HR(%)	s(MPa)	Srw(%)
				98,5	2,1	5,57	70	49	4,25
19,753	23,303	14,916	12,467				36	141	1,99
							38	133	2,82
							36	141	1,91
7,57	15,225	1,4185	1,141	90	14,5	5,62	58	75	4,04

Le Tableau 2-6 présente les résultats des essais de rétention d'eau par méthode par phase vapeur. Les résultats pour une HR mesurée supérieure à 100 % n'ont pas été introduits dans ce tableau.

2.2.2 Méthode osmotique

2.2.2.1 Principe et dispositif

Cette méthode qui provient de la biologie, est fondée sur le déséquilibre de la pression osmotique à concentration différente (Figure 2-17). Un échantillon entouré d'une membrane semi-perméable (SPECTRA/POR 3500, 12000 ou 14000), immergé dans une solution de polyéthylène glycol (PEG 1500, 6000 ou 20000) induit un flux de molécules d'eau entre eux suivant la loi de Van Hoff. Les échanges d'eau (drainage ou imbibition) au travers de la membrane entre l'échantillon et la solution de PEG ont lieu jusqu'au moment où l'équilibre entre la pression osmotique de la solution de PEG à concentration donnée et celle de l'échantillon (Figure 2-18a).

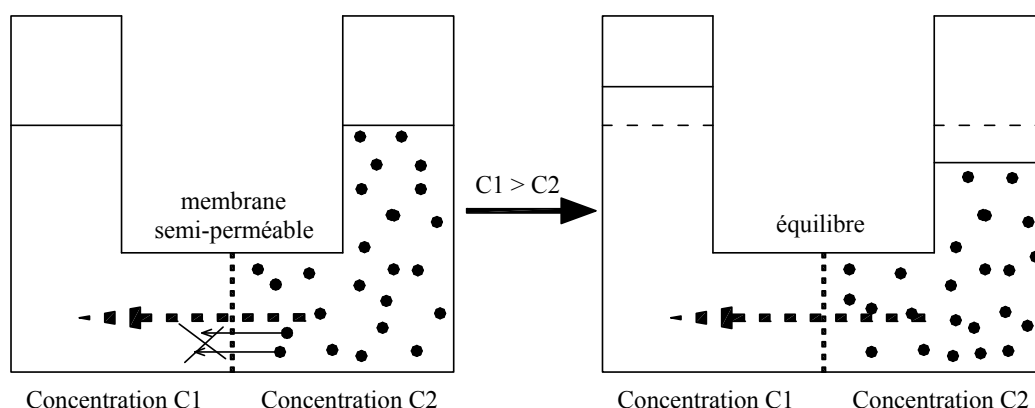


Figure 2-17: Principe de la méthode osmotique

Cette méthode s'applique pour une faible succion. La succion imposée en fonction de la concentration de la solution de PEG a été donnée par Williams & Shaykewich (1969) avec

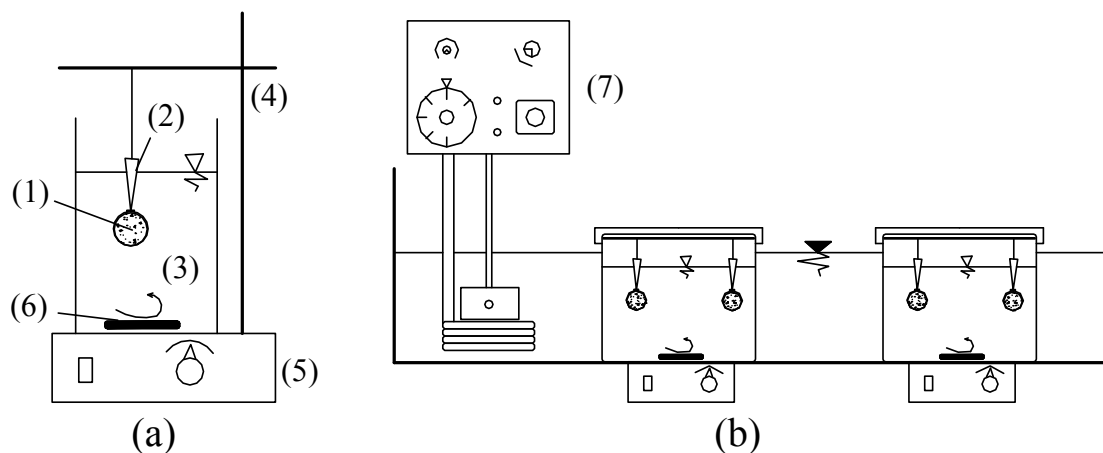
une succion jusqu'à 1,44 MPa et vérifiée et étendue par Delage et al. (1998) avec une succion maximale de 12 MPa grâce à l'utilisation de petite molécule de PEG. Pour la succion inférieure à 6,25 MPa, une relation linéaire entre la concentration et la racine carrée de la succion a été établie (Williams & Shaykewich, 1969, Delage et al., 1998):

$$s = 11c^2 \quad (2.4)$$

Pour la succion entre 6,25 MPa et 12 MPa, cette relation est non linéaire (Delage et al., 1998). La vérification de concentration de solution PEG est réalisée par un réfractomètre qui indique le degré de Brix :

$$Brix = \frac{90c}{1+c} \rightarrow Brix = \frac{90}{\sqrt{\frac{11}{s}} + 1} \quad (2.5)$$

avec c : concentration de PEG (g PEG/ g eau), s : succion (MPa).



- | | | |
|-------------------|-------------------------------|---------------------------------|
| (1) : Echantillon | (2) : Membrane semi-perméable | (3) : Polyéthylène Glycol (PEG) |
| (4) : Support | (5) : Agitateur magnétique | (6) : Agitateur |
| (7) : Thermostat | | |

Figure 2-18: Schéma du dispositif de la méthode osmotique (a) classique, (b) dans un bain thermostaté

L'agitateur a pour but de maintenir homogène la solution de PEG. Cependant, il provoque une augmentation de la température dans la solution PEG (Marcial, 2003). Il faut donc mettre tout le système dans un bain thermostaté (Figure 2-18b). La boîte qui contient le PEG est couverte pour empêcher l'évaporation de l'eau et de conserver la concentration de PEG constante. La

pénicilline ajoutée dans le PEG évite la prolifération bactérienne pouvant boucher les petites pores des membranes semi-perméables.

Un changement régulier de membrane permet d'éviter sa dégradation et de suivre l'évolution de la masse de l'échantillon. La stabilisation du transfert de l'eau dure quelques jours voire quelques semaines, en fonction notamment de la taille de l'échantillon.

2.2.2.2 Résultat de la méthode osmotique

Afin d'améliorer la durée de transfert d'eau, les échantillons préparés avec un carottier ($\Phi=7,5$ mm) et rectifiés sur la hauteur par une mini-tronçonneuse sont de faible dimension (8x15 mm). Cela permet de mesurer le volume total de l'échantillon et ainsi le degré de saturation (S_{rw}) avec une bonne précision avec un pied à coulisse.

Marcial, 2003 a rapporté des problèmes de contamination de PEG des échantillons pour les succions supérieures (concentration de PEG). Pour cette raison, quatre niveaux de succion (0,6 MPa, 1,1 MPa, 1,6 MPa et 2 MPa) ont été appliqués pour cette méthode.

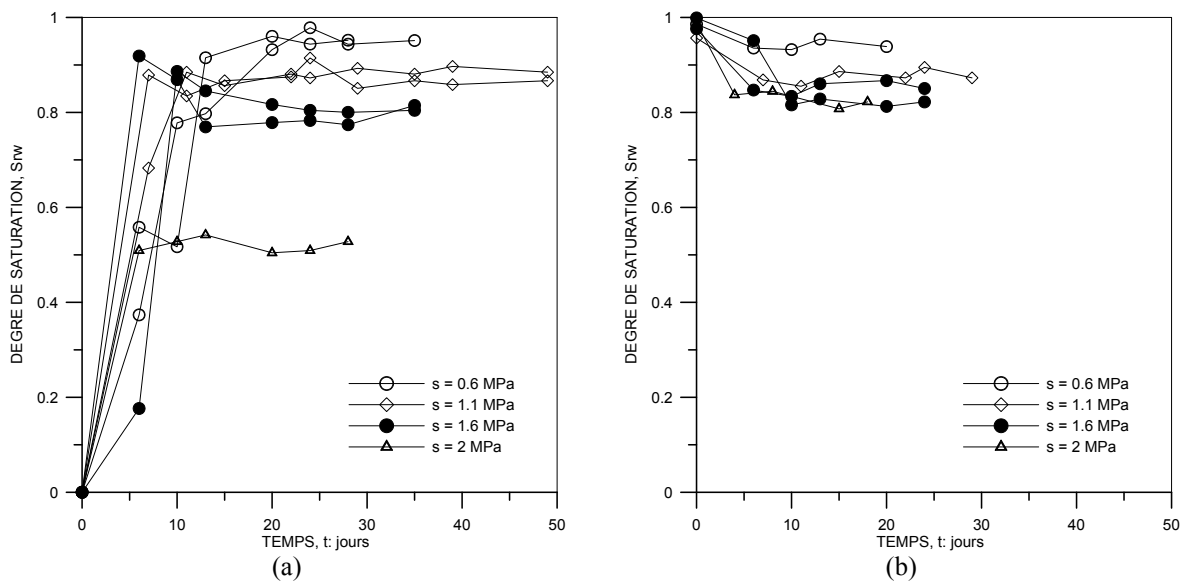


Figure 2-19: Evolution des degrés de saturation des échantillons (a) imbibition (b) drainage

Les échantillons initialement secs et saturés sont mis dans la membrane semi-perméable pour effectuer la stabilisation osmotique en imbibition et en drainage. Au cours de l'essai, un problème de dégradation de membrane s'est produit pour tous les niveaux de succion, on a du refaire plusieurs fois et changer la membrane tous les 7 jours au maximum, contre les 12 jours de Priol, 2005. La Figure 2-19 montre l'évolution de la stabilisation osmotique des degrés de

saturation des échantillons en imbibition et en drainage. Il est à noter que la stabilisation des courbes en imbibition est obtenue après environ 20 jours, soit plus rapidement que pour la succion ($s = 1,1$ MPa et 2 MPa). Comme l'indique la figure, aucune observation particulière n'a été constatée sur la cinétique d'échange aux niveaux de la succion contrôlée. Cela pourrait être expliqué par la petite taille (8x15 mm) de l'échantillon qui réduit la durée de la stabilisation. La première mesure est supposée atteindre sa stabilisation. Les résultats de De Gennaro et al. (2003), Priol (2005) sur la craie avec la taille d'environ (30x40 mm) ont montré que la cinétique d'échange dépend du niveau de succion imposé: plus le niveau de succion est faible, plus elle est rapide. En drainage, la durée de stabilisation peut être considérée après 10 jours (Figure 2-19b). La durée totale des essais pour déterminer la courbe de rétention a été de 30 jours. En observant sur les résultats en imbibition et en drainage, on a observé un léger décalage pour les faibles succions de 0,6 MPa, 1,1 MPa et 1,6 MPa. Cependant, il existe une différence ($S_{rw} = 0,5$ contre 0,8) entre l'imbibition et le drainage pour la succion de 2 MPa.

2.3 Propriétés de rétention d'eau

L'ensemble des deux méthodes a permis de déterminer la courbe de rétention d'eau de la craie d'Estreux (Figure 2-20). Cette courbe représente une évolution du degré de saturation en fonction du logarithme de la succion. Elle permet de quantifier la capacité à retenir ou dégager l'eau selon des chemins de drainage ou d'imbibition. Comme on peut l'observer à travers les différents états initiaux des échantillons (sec ou saturé), les points présentés sur la figure ont été obtenus en suivant soit un chemin de drainage soit un chemin d'humidification. En regardant ces points, on n'a pas constaté de différence entre deux chemins. Une différence est généralement observée dans les géomatériaux par l'hystérésis due à la variabilité de la taille des pores, la capillarité dans les pores (Delage & Cui, 2000). Ceci tient probablement à la présence de la fraction glauconieuse dans la craie qui provoque une diminution du mécanisme de capillarité. En plus, on ne peut pas négliger les effets physico-chimiques existant dans une interaction eau-roche (Newman, 1983, Hellemann et al., 2002a, b).

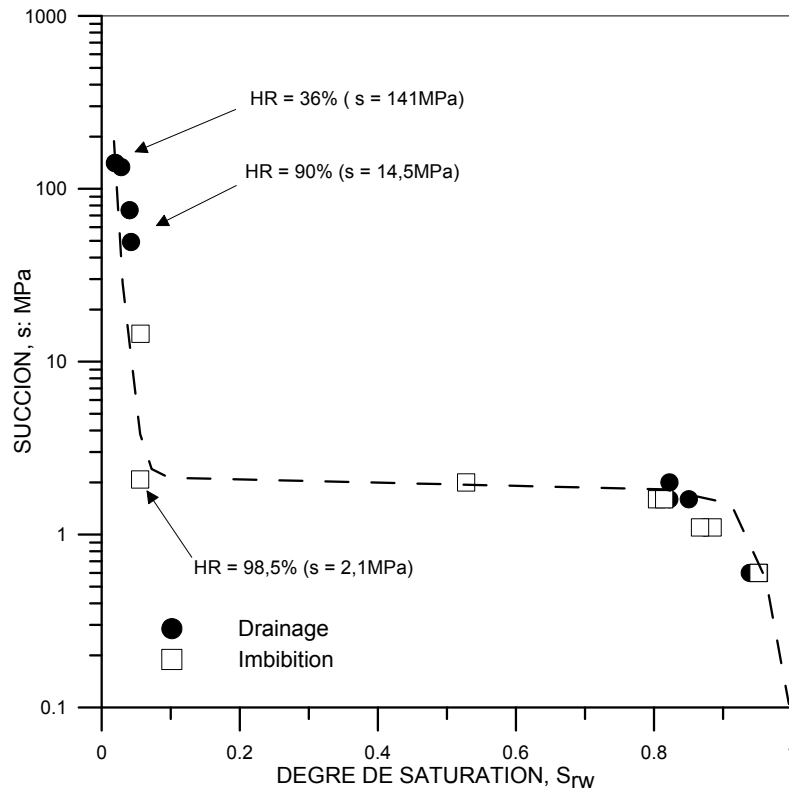


Figure 2-20: Courbe de rétention d'eau

Comme montré sur la Figure 2-20, le point d'entrée d'air peut être évalué à 1,5 MPa approximativement, correspondant à un niveau de succion à partir duquel, suivant le chemin de drainage, la craie commence à perdre de l'eau. Il est intéressant de noter que le degré de saturation varie brutalement pour des faibles changements de succion ($S_{rw} = 5,57\%$ pour $s = 2,1$ MPa et $S_{rw} = 80,9\%$ pour $s = 1,6$ MPa). En plus, pour l'HR inférieure à 90 %, le degré de saturation de la craie vaut moins de 5 %, lié à l'état sec. Sachant qu'au cours de l'année, l'HR varie dans la carrière entre 80 % et 100 %, ces éléments peuvent générer d'importants changements de l'état de saturation dans les massifs rocheux en conduisant des cycles plus ou moins réguliers en imbibition et en drainage. Les modifications de l'état de saturation associées à des niveaux de succion interviennent comme un chargement additionnel sur la craie.

2.4 Discussion

Afin de déterminer la courbe de rétention, deux méthodes en condition isotherme (méthode par phase vapeur et méthode osmotique) ont été réalisées. La méthode par phase vapeur a été appliquée pour un niveau de succion supérieur à 2 MPa alors que ce niveau est inférieur à 2

MPa pour la méthode osmotique. Un développement du dispositif pour la méthode par phase vapeur a permis de suivre et de mesurer la déformation axiale et la masse de l'échantillon en continue au cours de l'essai.

Le contrôle de succion par phase vapeur est souvent effectué pour un niveau de succion élevé (Bernier et al., 1997, Romero, 1999, Delage & Cui, 2000, De Gennaro et al., 2003, Marcial, 2003, Tang, 2005, Priol, 2005, Le, 2008). Les essais réalisés par Bernier et al., 1997 sur l'argile de Boom, par Marcial et al. (2002) et Tang (2005) sur les bentonites ont montré que la circulation d'air est utile et favorise l'échange de vapeur d'eau entre l'air humide et le sol. Le développement du dispositif permet de ne pas perturber l'HR obtenue après chaque sortie de suivi de la stabilisation, ce qui permet de réduire la durée de l'essai. Un automatique système par phase vapeur au moyen de l'instrument MKS appliqué pour l'argile gonflant a permis de contrôler l'HR variant entre 1 % et 85 % et de mesurer la teneur en eau (Likos & Lu, 2003 , Likos, 2004).

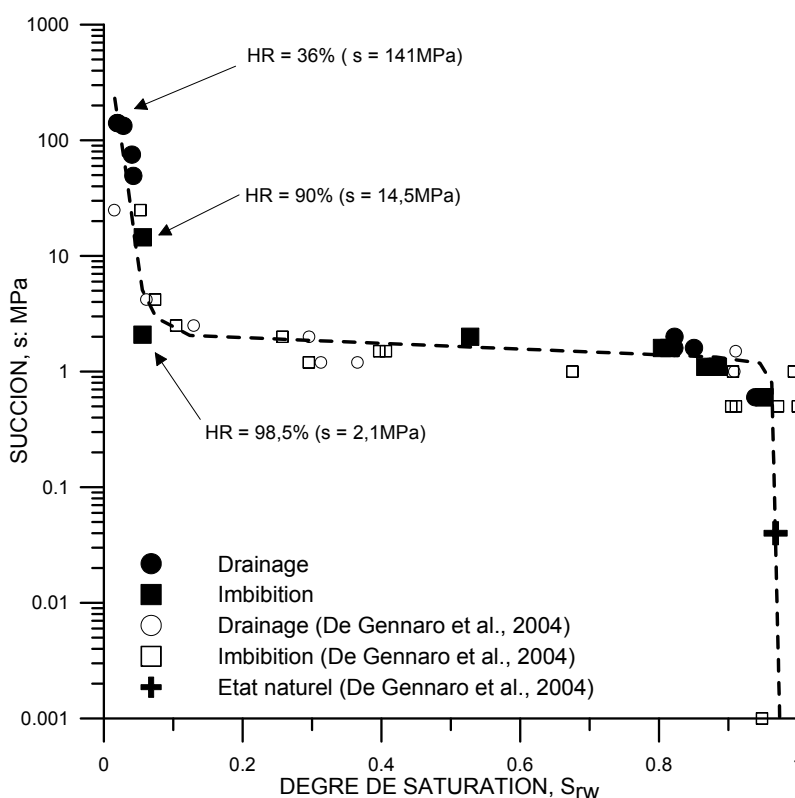


Figure 2-21: Courbe de rétention d'eau de la craie d'Estreux

Marcial (2003) a montré l'influence du débit de circulation sur la durée de stabilisation dans les études de rétention d'eau des trois argiles (FoCa7, Kunigel VI et MX-80). Dans le présent

travail, l'influence du débit de la circulation d'air a été observée dans l'essai réalisé avec l'HR égal à 100 % en théorie. Le fort débit de la circulation engendrant des condensations provoque des erreurs dans les mesures et des problèmes techniques. En fait, la variation de la température est liée étroitement à l'HR. D'après Wasmer (1988), une variation de température au niveau de laboratoire égale à 0,5 °C peut provoquer un changement d'HR de 100 % à 96,969 %. L'HR théorique égale à 100 % avec la bouteille d'eau déminéralisée correspond probablement à une HR réelle de 97 % et le degré de saturation trouvé ($S_{rw} \approx 7\%$) est bien compatible avec les résultats obtenus dans les travaux de De Gennaro et al. (2004) sur la craie d'Estreux et de Duthoit & Hazebrouck (1976) sur les cinq types de craie du Nord de la France ($S_{rw} \approx 5\%$) (Figure 2-21).

La méthode osmotique a été utilisée pour imposer les suctions inférieures à 2MPa. L'utilisation de faibles suctions a permis d'éviter des problèmes de pollution (Marcial, 2003). Les résultats trouvés sont bien en accord avec ceux de De Gennaro et al. (2004) (Figure 2-21). La petite taille des échantillons ($h = 15\text{ mm}$, $\Phi = 7,5\text{ mm}$) a permis de réduire la durée de stabilisation de l'essai (20 jours contre 40 jours en imbibition et 10 jours contre 20 jours en drainage avec les échantillons de dimension ($h = 36\text{-}75\text{ mm}$, $\Phi = 36\text{ mm}$) (De Gennaro et al., 2004).

Dans le cas de l'étude sur le gonflement de la craie, Duthoit & Hazebrouck (1976) ont constaté un gonflement de la craie soumise à une atmosphère saturée à partir d'une atmosphère sèche. La variation axiale relative des cinq types de craie a varié entre 0,065 % et 0,16 %. L'étude sur les variations volumiques engendrées lors de saturation de Priol (2005) sur deux échantillons (hauteur de 76mm et diamètre de 36mm) a montré que la déformation de la craie de Lixhe était de 0,013 % lors de l'immersion dans l'eau. Les travaux réalisés sur la craie d'Estreux lors des essais oedométriques à succion contrôlée ont montré un gonflement soumis à l'injection d'eau à faible contrainte (Nguyen et al., 2008). Ces observations sont en accord avec les résultats obtenus dans le présent travail. Le déplacement maximal des deux essais TC3 et TC5 en imbibition par phase vapeur avec l'eau déminéralisée (théoriquement, $HR = 100\%$) était égal à 9 μm et correspond à 0,039 % de déformation axiale. En fait, le gonflement de la craie en imbibition pourrait être expliqué par la présence de l'argile dans la craie. D'une part, la vapeur d'eau entrant progressivement dans les pores de la craie provoque la contraction par capillarité. D'autre part, les molécules d'eau sont absorbées dans les pores

par les forces physico-chimiques. La présence de l'argile donne un potentiel de gonflement axial plus important que la contraction par capillarité.

Deux effets contradictoires pourraient expliquer l'absence de l'hystérésis de cette craie (Figure 2-21). L'un est la capillarité par la tension surfacique eau-air et l'autre est physico-chimique par l'eau absorbée et par la présence de glauconie. Priol (2005) a confirmé cette observation en comparant des courbes de rétention à la porosimétrie au mercure.

2.5 Conclusions

Dans ce chapitre, la courbe de rétention a été réalisée par deux méthodes (par phase vapeur et osmotique). L'évolution de la déformation, de la masse a été suivie par un développement du dispositif dans la méthode par phase vapeur.

Les résultats ont montré la limite de méthode par phase vapeur à forte HR pour appliquer une faible succion en raison d'une variation de température au niveau du laboratoire. L'effet hydrique sur la déformation axiale a été analysé. Un gonflement axial maximal (0,039 %) a été observé par phase vapeur en imbibition.

La négligence de l'hystérésis entre les résultats suivant les chemins de drainage et d'imbibition a montré l'existence des deux mécanismes capillaire et d'absorption (effets physico-chimiques) de rétention d'eau de la craie.

Les propriétés de rétention d'eau de la craie d'Estreux permettent de dégager l'importance du changement de conditions environnementales (variations d'hygrométrie dans la carrière, liées aux cycles saisonniers, niveau de nappe phréatique) : la variation d'HR dans la carrière entre 80 % et 100 % pourrait saturer/ désaturer des massifs rocheux dans la galerie au moins à la surface des piliers. Il nous est donc apparu nécessaire de caractériser la réponse mécanique de la craie lorsqu'elle est saturée avec des proportions d'eau variables. Cette caractérisation est l'objet des chapitres suivants.

Chapitre 3 : Comportement visco-hydrromécanique: étude expérimentale macroscopique

Table de matière

3.1	Introduction	77
3.2	Essais oedométriques	77
3.2.1	Dispositif de l'oedomètre	77
3.2.1.1	Cellule oedométrique haute pression à succion contrôlée	77
3.2.1.2	Préparation des échantillons	78
3.2.1.3	Définition du chargement	79
3.2.2	Synthèse des résultats et discussions	80
3.2.2.1	Courbes de compressibilités	80
3.2.2.2	Comportement différé de la craie	84
3.2.3	Conclusions	89
3.3	Essais triaxiaux	90
3.3.1	Dispositif de l'essai	90
3.3.1.1	Cellule triaxial haute pression	90
3.3.1.2	Système de capteur LVDT	91
3.3.1.3	Système expérimental	92
3.3.2	Procédure de l'essai	95
3.3.2.1	Préparation de l'échantillon	95
3.3.2.2	Procédure du montage de l'essai	96
3.3.3	Méthodologie d'étude et programme d'essai	97
3.3.3.1	Méthodologie d'étude	97
3.3.3.2	Programme d'essai	99
3.3.4	Synthèse des résultats sur le comportement hydrromécanique	101
3.3.4.1	Essai isotrope	101
3.3.4.2	Essai déviatorique	102
3.3.4.3	Surface de charge	107
3.3.4.4	Discussion	110
3.3.5	Synthèse des résultats sur le comportement visqueux	114
3.3.5.1	Essai isotrope	114
3.3.5.2	Essai déviatorique	116
3.3.5.3	Surface de charge	119
3.3.5.4	Discussion	120
3.3.6	Conclusions	123

3.1 Introduction

Dans la recherche de l'étude du comportement de la craie, plusieurs études sur le comportement mécanique de cette dernière ont été menées à l'aide d'essais mécaniques (oedométriques, de compressions simples, triaxiaux): Hazebrouck & Duthoit (1979) sur la craie blanche saturée et partiellement saturée; Gourri (1991), Siwak et al. (1994), Schroeder (1995), Delage et al. (1996), Homand & Shao (2000), De Gennaro et al. (2003), Priol (2005), Xie (2005) sur la craie de Lixhe, saturée d'eau et de Soltrol; Dahou (1995) sur la craie de Lezenne ; Siwak et al. (1994) sur la craie de Dannes, de Bois Bernard et de Haubourdin. La plupart de ces travaux ont montré non seulement la complexité de l'influence de l'eau mais aussi les effets du temps sur le comportement de la craie. C'est la raison pour laquelle, l'objectif de ce chapitre est de présenter une campagne d'essais expérimentaux macroscopiques afin de caractériser le comportement visco-hydro-mécanique de la craie d'Estreux. Dans un premier temps, on a étudié le comportement hydrromécanique de la craie d'Estreux au moyen de l'oedomètre haute pression à succion contrôlée. Dans un second temps, une série d'essais triaxiaux a été effectuée pour compléter l'analyse du comportement hydrromécanique aussi bien à court terme qu'à long terme. Les résultats ont, effectivement, montré l'influence de l'eau et du temps sur le comportement de la craie. La surface de charge s'accroît de façon homothétique due à la succion mais également à l'effet de vitesse de chargement. Ce comportement constitue un élément essentiel afin d'expliquer l'effondrement de la carrière au cours du temps. Ce point sera discuté en détail dans le chapitre 5.

3.2 Essais oedométriques

3.2.1 Dispositif de l'oedomètre

3.2.1.1 *Cellule oedométrique haute pression à succion contrôlée*

La craie étant un matériau à la frontière entre les roches tendres et les sols indurés, la cellule oedométrique haute pression a été utilisée. Il s'agit d'un moule rigide équipé des bâtis hautes pressions avec un coefficient multiplicateur égal à 50. Afin d'étudier le comportement hydrromécanique de la craie, le système à succion contrôlée a été adopté. La méthode osmotique pour le contrôle de la succion inférieure à 1,5MPa a été adaptée dans le cas de l'essai oedométrique par plusieurs chercheurs (Kassiff & BenShalom, 1971, Delage et al., 1992, Dineen & Burland, 1995, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005). Pour la succion supérieure à 4,2MPa, le méthode par phase vapeur a été utilisée (Esteban Moratilla, 1990,

Oldecop & Alonso, 2003, Marcial, 2003, Bordas et al., 2007). Les oedomètres proviennent initialement de recherches sur des argiles fortement compactés MX-80, Kunigel VI et FoCa7 (Marcial, 2003) et sur des craies de Lixhe et d'Estreux (Priol, 2005, Bordas et al., 2007).

Dans notre cas, suite aux essais préliminaires sur la craie d'Estreux par la méthode osmotique menés par Priol, 2005, le système de contrôle de l'humidité relative par phase vapeur est réalisé au niveau de l'embase inférieure de l'oedomètre (Figure 3-1).

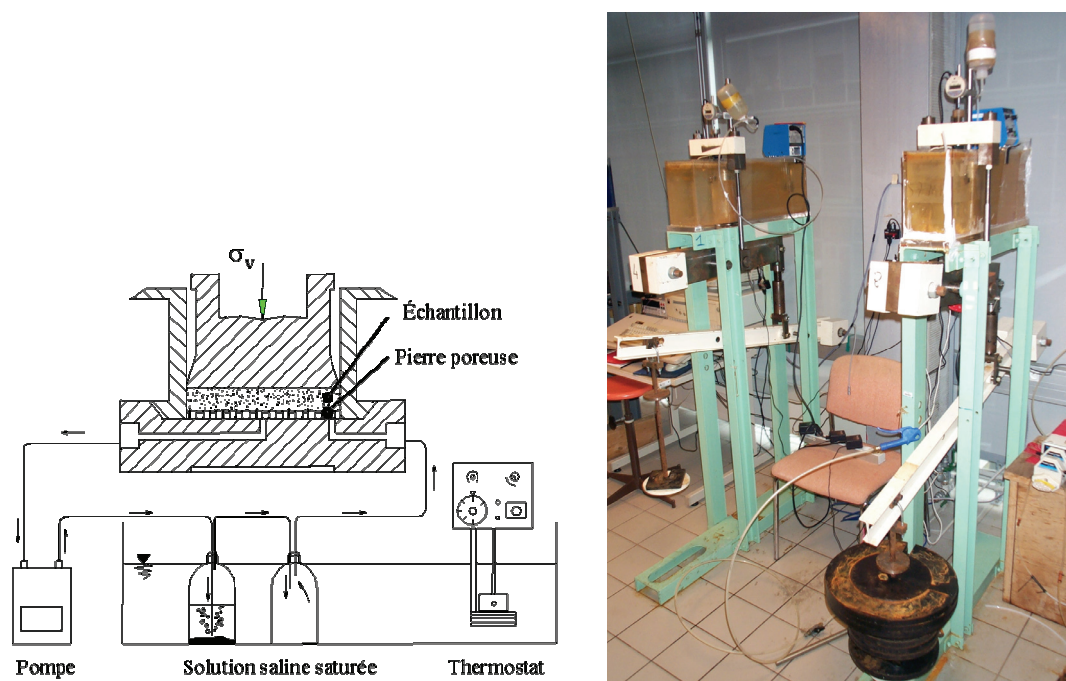


Figure 3-1 : Principe de la cellule oedométrique haute pression à succion contrôlée

3.2.1.2 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons pour l'essai oedométrique se fait généralement par positionnement direct dans la cellule ou en taillant et arasant le matériau à l'aide de fils ou couteaux (eg. sols loessiques naturels). Ces manipulations doivent être réalisées avec précaution afin de ne pas trop remanier le sol. Cependant, les roches tendres et les sols sont rigides et cohérents, ce qui rend difficile l'obtention des dimensions exactes désirées. Par ailleurs, ils sont généralement fragiles, pouvant se briser ou se fracturer sous l'action mécanique. De ce fait, dans le cas de la craie d'Estreux, l'utilisation d'un procédé spécifique pour obtenir les éprouvettes est nécessaire. En effet, pour usiner les échantillons on a utilisé un tour mécanique (Figure 3-2). On scie un bloc de craie aux dimensions désirées afin d'assurer une bonne prise des mors de serrage. L'usinage est réalisé lentement pour éviter la

rupture de l'échantillon. Cette méthode a été retenue pour la réalisation des échantillons cylindriques de 50 ou 38 millimètres de diamètre, selon les caractéristiques de la cellule oedométrique (70, 50 et 38). Pour éviter le jeu qui pourrait apparaître entre les surfaces latérales de l'échantillon et les parois du moule (jeu qui permettrait les déformations radiales), il faut usiner les échantillons à un diamètre légèrement supérieur au diamètre du moule. Cette précaution est nécessaire compte tenu de la cohésion forte que présente la craie d'Estreux.



Figure 3-2: Photographie du tour mécanique

Dans les travaux de Priol (2005) sur la craie d'Estreux, l'échantillon sec est obtenu par mise à l'étuve à 60°C pendant 48 heures et l'échantillon saturé est immergé dans l'eau déminéralisée sous vide ($P_{\text{vide}} = -94 \text{ kPa}$) plusieurs jours. Le procédé pour la craie de Lixhe est différent, elle est séchée à 105°C dans l'étuve pendant au moins de 24 heures et saturée par immersion sous vide (Homand, 2000, Collin et al., 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005). C'est pourquoi, l'échantillon saturé de la craie d'Estreux est immergé sous vide pendant 48 heures et l'échantillon sec est mis dans l'étuve à 60°C pendant 48 heures. L'échantillon soumis à une succion contrôlée est pré-équilibré par méthode de phase vapeur hors du bâti oedométrique. Cela permet de préparer l'état d'équilibre de l'échantillon lors de la réalisation d'un essai à succion contrôlée.

3.2.1.3 Définition du chargement

Une des caractéristique de la craie est que, la faible compressibilité du squelette (due à la cimentation) et la perméabilité relativement élevée environ 10^{-8} m/s , est suffisante pour éviter

la génération de surpression interstitielle lors de l'application du chargement lent. En plus, la dépendance de la vitesse de chargement pour le comportement de la craie a été mise en évidence dans plusieurs travaux (Dahou, 1995, De Gennaro et al., 2003, Priol et al., 2007). On remplace donc la durée conventionnelle des paliers de chargement à l'oedomètre pour les sols saturés, fixée à 24 heures, (norme A.F.N.O.R. NP 94-090-1), par 48 heures pour les paliers de chargement dans la phase pseudo-élastique et par 7 jours dans la phase plastique. Suivant cette définition de chargement, à chaque palier de chargement, la vitesse de déformation axiale est inférieure à 10^{-10} s^{-1} .

3.2.2 Synthèse des résultats et discussions

3.2.2.1 Courbes de compressibilités

Quatre essais ont été réalisés pour compléter l'étude de la compressibilité de la craie d'Estreux. Les chemins de chargement dans le plan de la contrainte verticale et de la succion (σ_v, s) sont présentés sur la Figure 3-3.

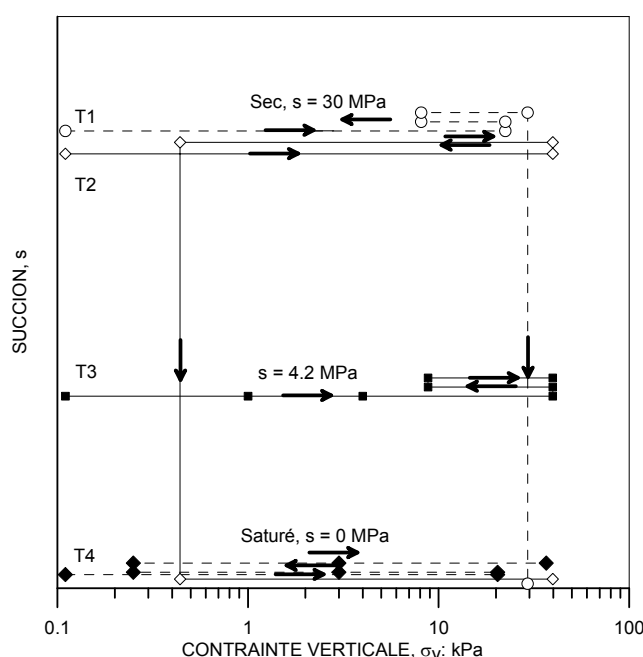


Figure 3-3: Chemin de chargement

Notons qu'à partir des données sur la courbe de rétention de la craie d'Estreux présentées dans le chapitre précédent, on peut supposer que la succion pour un échantillon sec est égale à 30 MPa.

Comme l'indique la Figure 3-3, trois niveaux de succion (sec, $s = 4,2$ MPa et saturé) ont été réalisés avec les chemins de chargement suivant:

- Essai T1 ($e_i = 0,575$): l'échantillon sec a été chargé jusqu'à 39,7 MPa et puis, déchargé à 0,44 MPa, ensuite soumis à l'injection d'eau sous cette contrainte et finalement rechargé à 39,7 MPa.
- Essai T2 ($e_i = 0,61$): l'échantillon sec a été chargé jusqu'à 22,41 MPa et puis, déchargé à 10,19 MPa, ensuite rechargé à 29,28 MPa et finalement soumis à l'injection d'eau sous cette contrainte.
- Essai T3 ($e_i = 0,602$): l'échantillon à succion contrôlée ($s = 4,2$ MPa) a été chargé jusqu'à 39,7 MPa et puis, déchargé à 8,82 MPa, et finalement rechargé à 39,7 MPa.
- Essai T4 ($e_i = 0,602$): l'échantillon saturé a été chargé jusqu'à 20,38 MPa et puis, déchargé à 0,26 MPa, et finalement rechargé à 40,76 MPa.

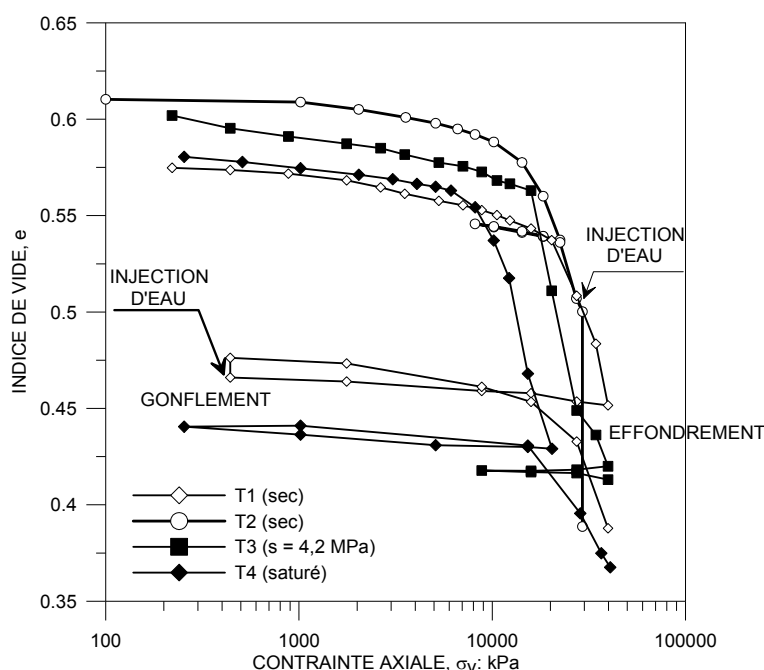


Figure 3-4: Courbes de compressibilité

Sur la Figure 3-4, on a regroupé l'évolution de l'indice des vides en fonction de la contrainte axiale pour les 4 essais. Les courbes de compressibilité s'organisent clairement selon la succion ou degré de saturation. A partir de l'analyse de ces courbes de compressibilité, on peut déterminer la limite élastique pour chaque essai (Tableau 3-1). Cette limite définit conventionnellement le seuil de contrainte au-delà duquel la déformation du matériau est irréversible et des déformations plastiques sont générées. Cette valeur est le point d'intersection entre la droite pour la partie initiale (partie élastique), parallèle à la boucle de

déchargement – rechargement et la droite pour la seconde partie (partie plastique). Les courbes de compressibilité de la craie d’Estreux montrent des réponses qui sont compatibles avec celles de sols non saturés :

- La diminution de la limite ou du domaine élastique avec la baisse de succion.
- La diminution de la succion provoque un accroissement de compressibilité du matériau.
- L’influence de la succion sur le coefficient de gonflement (élastique) est négligeable.
- Un petit gonflement lors de l’injection d’eau sous faible contrainte (dans la zone élastique) a été observé.
- Un effondrement considérable lors de l’injection d’eau sous forte contrainte (dans la zone plastique) a été également remarqué. Il est intéressant de noter que la courbe de l’effondrement après l’injection d’eau est proche de celle de l’échantillon saturé, l’essai T2 et l’essai T4.

Tableau 3-1: Données de compressibilité tirées à partir des essais oedométriques

Etat	Coefficient		Limite élastique (MPa)
	Elastique	Plastique	
Sec (T1)	0.0022	0.1082	16
Sec (T2)	0.0055	0.094	13.5
Succion contrôlée (T3)	0.0095	0.1137	11.4
Saturé (T4)	0.0039	0.135	7.5

La présence d’eau modifie donc fortement le comportement mécanique de la craie notamment sa résistance, plus le degré de saturation est grand, plus la résistance est faible. Ces observations sont en accord avec l’affaiblissement liée à la présence d’eau, décrit par Matthews & Clayton (1993), et avec celles observées sur les craies pétrolifères (Schroeder, 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005). L’effet de l’eau se traduit par le gonflement observé dans l’essai T1 sous faible contrainte (0,44MPa), et par l’effondrement sous forte contrainte (29,28MPa) dans l’essai T2, lors de l’injection d’eau. Ces phénomènes observés peuvent être interprétés au moyen du modèle de Barcelone (Alonso et al., 1990) (Barcelone Basic Model - BBM). Comme montré sur la Figure 3-5, les courbes LC (Loading Collapse), tirées des résultats de la Figure 3-4, sont assez régulières et de formes satisfaisantes. Ces données sont intégrées à celles dans les travaux de Priol (2005). Une tentative d’identification

de la courbe LC initiale (LC_i) a été effectuée pour l'obtention des paramètres constitutifs du modèle BBM (Tableau 3-2).

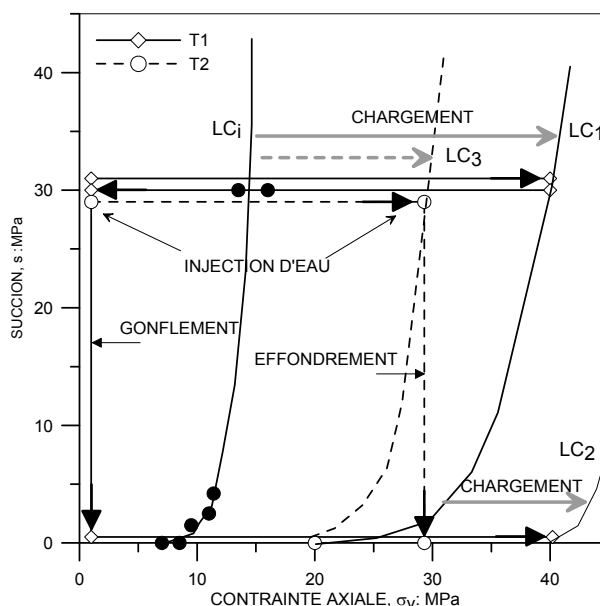


Figure 3-5: Les courbes LC dans les deux essais T1 et T2

Tableau 3-2: Paramètres constitutifs pour le modèle BBM

$\lambda(0)$	$p_c(\text{MPa})$	$p_0^*(\text{MPa})$	β	r
0,12	0,002	8	0,5	0,94

Suivant le chemin de chargement pour l'essai T1, la contrainte verticale dépasse la limite élastique, ce qui provoque une extension du domaine élastique et par conséquent, un déplacement de la courbe LC, de la position initiale (LC_i) à la position LC_1 à la contrainte verticale finale ($\sigma_v = 39,7$ MPa). Après un déchargement à 0,44 MPa, l'injection d'eau a été effectuée. Cela signifie effectivement la diminution de la succion de 30 MPa à 0 MPa. Le gonflement observé, au moyen de l'augmentation de l'indice des vides de 0,466 à 0,476, s'est révélé en accord avec le modèle BBM. En outre, le chargement subséquent de l'essai T1 a permis de déterminer la limite élastique à succion nulle de la courbe LC_1 (20 MPa) et ainsi de déplacer la courbe LC_1 à la position finale (LC_2) à 39,7 MPa.

Le résultat obtenu avec l'essai T2 est en accord avec le modèle BBM pour la craie. La courbe LC_i s'est dirigée vers LC_3 lorsque la contrainte a atteint 29,28 MPa. L'injection d'eau provoque l'effondrement et correspond à une diminution de l'indice des vides de 0,500 à

0,389. La position de la courbe LC est alors translatée vers à droite jusqu'à l'abscisse x à 29,28 MPa.

3.2.2.2 Comportement différé de la craie

La courbe de consolidation représente en générale le tassement en fonction du temps. Classiquement, la théorie de la consolidation de Terzaghi est utilisée afin de l'analyser et de déterminer la fin de la consolidation primaire, représentant la phase de la dissipation des surpressions interstitielles générée par le chargement. En se basant sur celle-ci, deux méthodes de Casagrande et de Taylor sont généralement appliquées en mécanique des sols. Cependant, comme cela est montré sur la Figure 3-6, on ne peut pas utiliser les deux méthodes de Casagrande et de Taylor pour la courbe de consolidation.

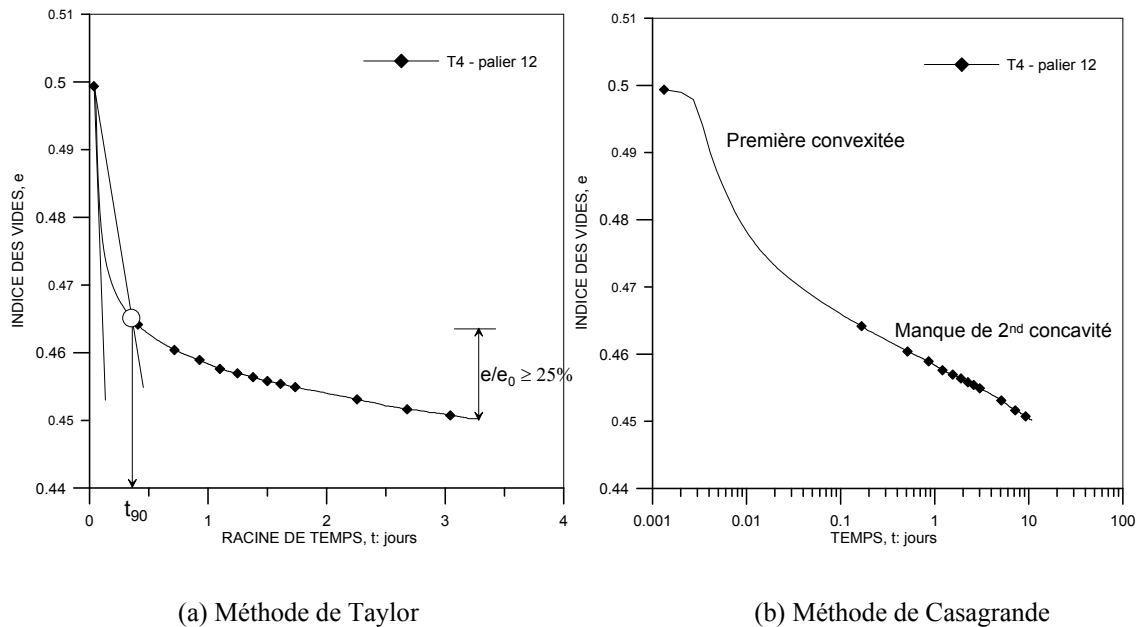


Figure 3-6: Evolution de l'indice de vide suivant (a) la méthode de Taylor, (b) de Casagrande

Pour la méthode de Taylor, le tassement après la fin présumée de la dissipation de surpression lors du 12^{ème} palier dépasse 25 % du tassement total. Parallèlement, la méthode de Casagrande ne fait pas apparaître la seconde concavité même pour le palier à environ 10 jours. Cette observation est bien en accord avec les résultats de Lord et al. (2002), de Priol (2005) obtenus sur la craie de Lixhe. La durée de consolidation peut être évaluée quantitativement comme suit :

$$t = T_v \frac{H^2}{C_v} = T_v \frac{H^2}{k_v} m_v \gamma_w \quad (3.1)$$

avec T_v : facteur temps

H : longueur du chemin de drainage

C_v : coefficient de consolidation verticale

k_v : coefficient de perméabilité

m_v : coefficient de compressibilité verticale

γ_w : masse volumique de l'eau

Avec $H = 2,5$ mm, $m_v = 1,63 \times 10^{-5}$ kPa⁻¹, $\gamma_w = 10$ kN/m³, $T_v = 1$ et $k_v = 10^{-8}$ m/s, la durée de consolidation vaut 0,12 seconde. Même si la perméabilité diminue, la durée de consolidation reste encore faible. Cette durée équivaut à la phase de chargement instantané.

De ce fait, la déformation volumique de la craie telle qu'on l'observe dans la Figure 3-6 est essentiellement due au fluage. Cette déformation peut, semble-t-il, être attribuée à une compression des liens entre les grains de craie ou à d'autres phénomènes se produisant à l'échelle microscopique et qui demeurent, dans une certaine mesure, inexpliqués.

Dans les ouvrages de géotechniques, plusieurs auteurs ont présenté une hypothèse qui nous semble réaliste et pratique pour déterminer le fluage, la compression secondaire. Il est important de noter que la différence principale entre la consolidation primaire et secondaire réside dans le fait que cette dernière se produit sous une contrainte effective constante, après que toutes les pressions interstitielles en excès se soient dissipées. C'est la raison pour laquelle, l'indice de compression secondaire, basé sur une loi de fluage semi-logarithmique, a été adopté afin de quantifier le comportement à long terme de la craie :

$$C_{ae} = \frac{\Delta e}{\Delta(\log t)} \quad (3.2)$$

Où Δe : variation de l'indice des vides, calculée dans la courbe de l'indice des vides en fonction du logarithme du temps, entre deux intervalles du temps

$\Delta(\log t)$: intervalle du logarithme de temps

Selon les auteurs, la définition de l'indice de consolidation secondaire C_{ae} s'exprime différemment comme suit :

En termes de déformation volumique (ε):

$$C_{ae} = \frac{\Delta \varepsilon}{\Delta \log t} = \frac{C_{ae}}{1 + e_i} \quad (3.3)$$

Où e_i : indice des vides initial

En termes de logarithme népérien du temps:

$$\lambda_t = \frac{\Delta \varepsilon}{\Delta \ln t} \quad (3.4)$$

Plusieurs hypothèses concernant cet indice ont été proposées pour simuler des essais oedométriques (Mesri, 1973, Raymond & Wahls, 1976, Yin, 1999, Oldecop & Alonso, 2003). Ces hypothèses ont lister ci-dessous:

- L'indice de compression secondaire est classiquement constant en fonction de la charge.
- Le rapport C_{ae}/C_c (ou λ_t/λ) est à peu près constant pour des sols à l'état naturel, l'enrochement (rock-fill).
- L'indice C_{ae} dépend du temps écoulé correspondant à un fluage non linéaire. Cette hypothèse considère que la déformation visqueuse ne se développe pas infiniment mais de manière asymptotique.

A partir des données des essais oedométriques, on a regroupé l'indice de compression secondaire pour différents états (sec, succion et saturé) en fonction de la contrainte effective verticale dans la Figure 3-7. Comme montré sur cette figure, pour tous les états hydriques, l'évolution de C_{ae} est quasiment bilinéaire. L'indice C_{ae} évolue, dans la phase élastique, à peu près faible et relativement constante et il commence à augmenter au fur à mesure lorsque la contrainte se rapproche de la limite élastique. Dans la phase plastique, l'indice C_{ae} augmente nettement et par conséquent, de plus en plus de fluage est observé. Par ailleurs, en comparant l'évolution de C_{ae} pour l'essai sec, saturé et partiellement saturé, on a constaté que le fluage est plus important pour tous les essais saturés et partiellement saturés. Pour le même niveau de chargement, la déformation différée dans l'essai sec est beaucoup moindre. Ce qui montre effectivement que le taux de fluage augmente avec la présence de l'eau ou la réduction de la succion. C'est pourquoi, dans le cas de la carrière, la variation d'hygrométrie dans l'atmosphère au sein de la carrière, a une influence sur le comportement à long terme.

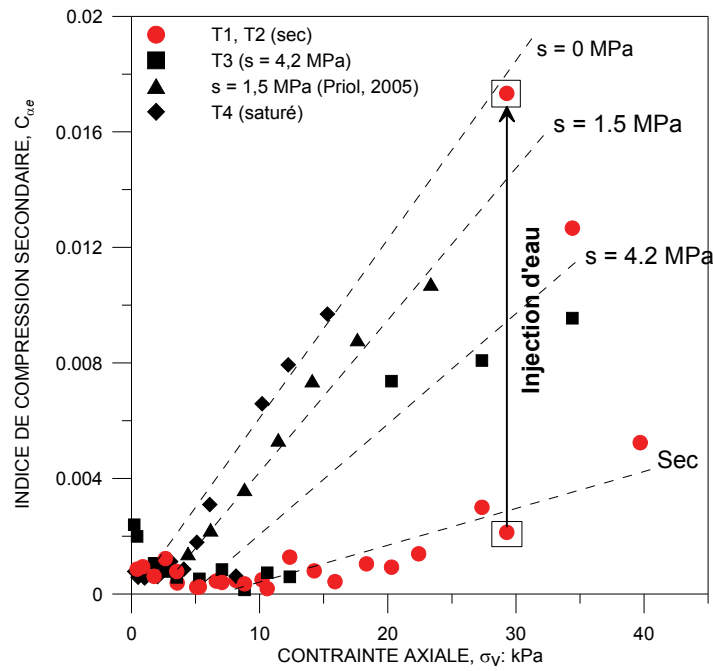


Figure 3-7: Evolution de l'indice de compression secondaire en fonction de la contrainte axiale

Comme la limite élastique de géomatériaux varie en fonction de teneur en eau, à même contrainte appliquée, l'échantillon n'est pas autant plastique. Il est intéressant qu'on présente l'évolution des indices $C_{\alpha e}$ en fonction de la contrainte verticale normée, rapport de la contrainte sur la limite élastique ($\sigma_v / \sigma_0(s)$) (Figure 3-8).

Cette contrainte normée permet de comparer le fluage au même niveau de surchargement relatif. L'évolution de $C_{\alpha e}$ en fonction de la contrainte normée, semble ne pas dépendre de la succion. Pour autant, cela ne signifie pas que l'indice $C_{\alpha e}$ est indépendant de la succion. Seule la craie sèche présente complètement un fluage moindre et, par conséquent, l'indice $C_{\alpha e}$ pour l'essai sec se trouve écarté par rapport aux autres états. Cependant, pour tous les états hydriques, l'évolution de l'indice $C_{\alpha e}$ est négligeable pour la contrainte normée inférieure à 0,5 ($\sigma_v / \sigma_0(s) \leq 0,5$) puis augmente linéairement.

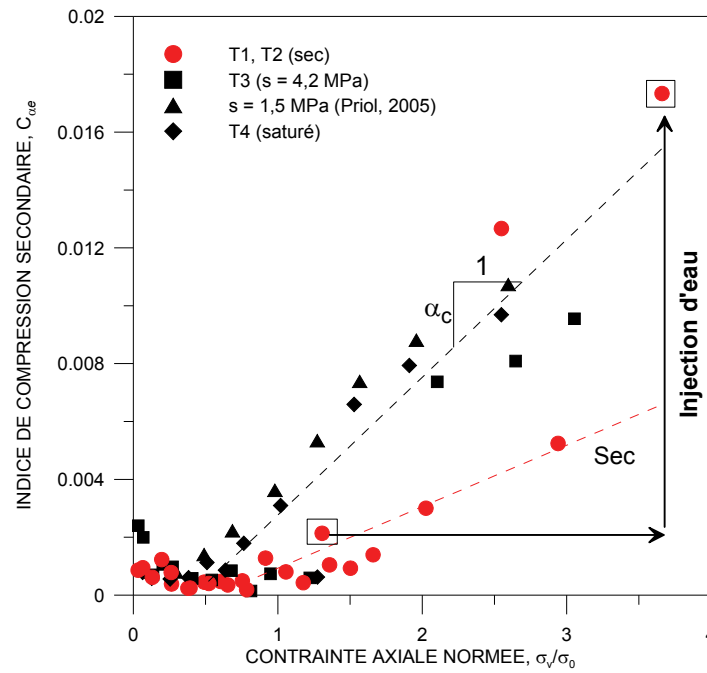


Figure 3-8: Evolution de l'indice de compression secondaire en fonction de la contrainte axiale normée

Cette différence entre l'essai sec et les autres peut s'expliquer par le fait que, l'existence de l'eau rend les contacts entre les grains plus lubrifiés, et, par conséquent, moins frottant autour des grains. En plus, la présence d'eau dans la craie réduit l'énergie de la surface entre les grains par l'effet physico-chimique (force électrique, absorption, dissolution, diffusion, re-précipitation, osmotique, ...)(Hellemann et al., 2002b). L'essai T2 a permis de mettre en lumière l'effet de la succion sur le fluage lors de l'injection d'eau. L'évolution de l'indice de vide de cet essai dans le temps est présentée dans la Figure 3-9. Cette évolution ressemble au comportement suivi d'un chargement mécanique. En effet, l'injection de l'eau provoque une forte déformation instantanée et puis une déformation différée en admettant uniquement une analyse du comportement avec des sols non saturés (Delage et al., 1996). Cette observation est en conformité avec celle sur la craie de Lixhe de Priol (2005). L'indice C_{ae} , avant l'injection d'eau sous la contrainte verticale 29,28 MPa, est égale à 0,0014. Pendant l'injection d'eau, l'eau entre progressivement dans les pores de la craie et elle devient saturée. Alors, la limite élastique diminue de 13,5 MPa à 7,5 MPa à cause du changement d'état hydrique, qui indique l'augmentation du rapport $\sigma_v / \sigma_0(s)$ de 1,3 à 3,7. Considérons la craie saturée sous la contrainte normée de 3,7, on peut trouver l'indice C_{ae} équivaut à 0,019. Cette valeur est en conformité avec celle trouvée après l'injection d'eau (0,014).

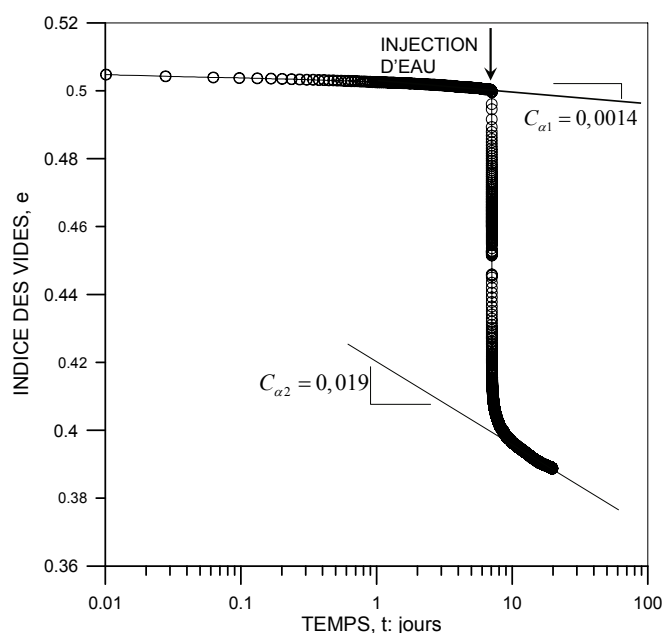


Figure 3-9: Evolution de l'indice de vide suivant le temps lors de l'injection

3.2.3 Conclusions

Quatre essais oedométriques à succion contrôlée (2 secs, 1 succion de 4,2MPa et 1 saturé) ont été réalisés afin d'étudier le comportement hydromécanique de la craie d'Estreux.

Les résultats obtenus sur cette craie ont montré une concordance des phénomènes observés pour d'autres craies ainsi que des sols non saturés (Delage et al., 1996). En effet, la diminution de la succion a réduit la limite d'élasticité de la craie. Le gonflement de l'essai T1 s'est produit lors de l'injection d'eau sous faible contrainte et l'effondrement de l'essai T2 a eu lieu sous forte contrainte.

Le fluage de la craie partiellement saturée a été également étudié. L'indice de compression secondaire permet d'interpréter le comportement visqueux.

L'ensemble des résultats suggèrent premièrement que l'eau influence le fluage et joue un rôle important dans le phénomène d'effondrement. Le taux de fluage se développe par deux causes principales, l'un est le chargement mécanique et l'autre est la succion. Le comportement à long terme de la craie dépend de la contrainte normée, rapport de la contrainte actuelle à la limite élastique. Autrement dit, le fluage ne semble pas dépendre de la contrainte appliquée mais de sa différence par rapport à celle correspondant à la limite élastique. Finalement, en accord avec la Figure 3-8, l'expression suivante peut être proposée pour l'indice C_{ae} :

$$C_{ae} = \begin{cases} C_{ae0} & \sigma_v < 0,5\sigma_0(s) \\ \alpha \left(\frac{\sigma_v}{\sigma_0(s)} - 0,5 \right) + C_{ae0} & \sigma_v \geq 0,5\sigma_0(s) \end{cases} \quad (3.5)$$

3.3 Essais triaxiaux

3.3.1 Dispositif de l'essai

3.3.1.1 Cellule triaxiale haute pression

La cellule triaxiale haute pression à succion contrôlée a été conçue au CERMES, ENPC (Figure 3-10). Cette cellule est équipée d'un système auto-compensé permettant d'appliquer une force axiale purement déviatorique sans l'influence de confinement.

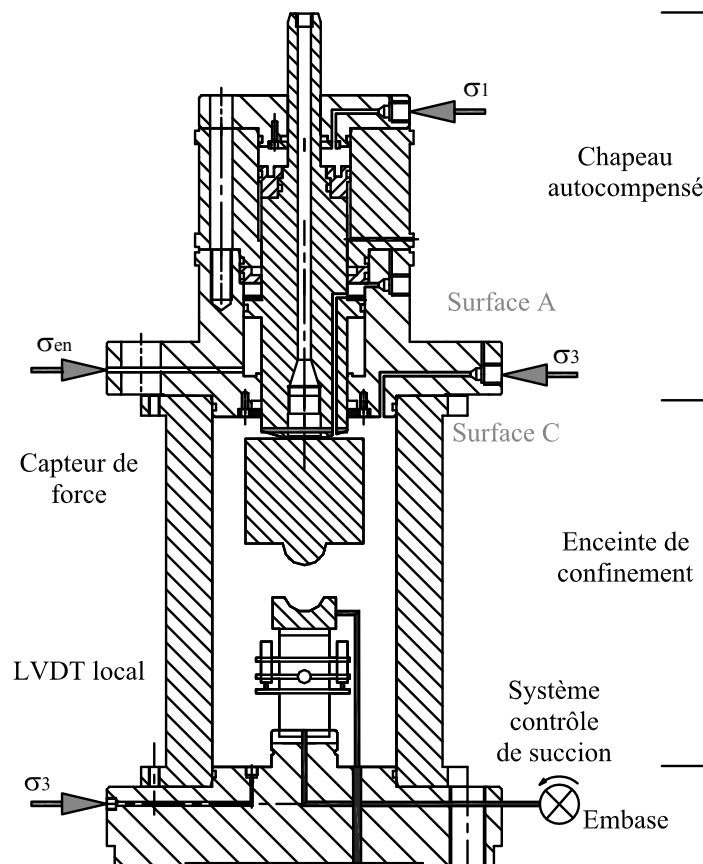


Figure 3-10: Schéma de la cellule triaxiale

Elle comprend trois parties principales : un chapeau autocompensé, une enceinte de confinement et une embase. Le chapeau autocompensé permet d'appliquer la contrainte déviatorique au moyen d'un GDS (Geotechnical Digital System) haute pression (32 MPa) par la descente du piston. Cette contrainte déviatorique est directement mesurée par le capteur de force FN 2591 (2,5 T). L'enceinte de confinement se compose de l'échantillon et du système

LVDT (Linear Variable Differential Transformers). Un GDS haute pression (64 MPa) assure un confinement autour de l'échantillon dans cette enceinte. L'huile de silicone a été utilisée comme fluide de confinement pour ne pas perturber le système de capteur LVDT, grâce à sa faible conductibilité électrique. L'embase contient une connexion de confinement, trois sorties de système de capteur LVDT et trois sorties drainées dont une en haut et deux en bas. La connexion de confinement permet de remplir l'enceinte de confinement avec l'huile de silicone. Les trois sorties drainées aident la réalisation d'essai drainé, non drainé et d'essai à succion contrôlée par phase vapeur.

3.3.1.2 Système de capteur LVDT

Plusieurs méthodes ont été étudiées afin de pouvoir mesurer les déformations de l'échantillon au cours de l'essai triaxial. On peut citer parmi ces différentes méthodes : jauges collées sur l'échantillon (Shao (1987) citée par Dahou, 1995, Gourri, 1991, Dahou, 1995, Homand, 2000, Mata, 2001, Xie, 2005), méthode des capillaires (Shao (1987) citée par Dahou, 1995, Sultan et al., 2000, Le, 2008, système LVDT (Priol, 2005), mesure externe (Sultan, 1997).

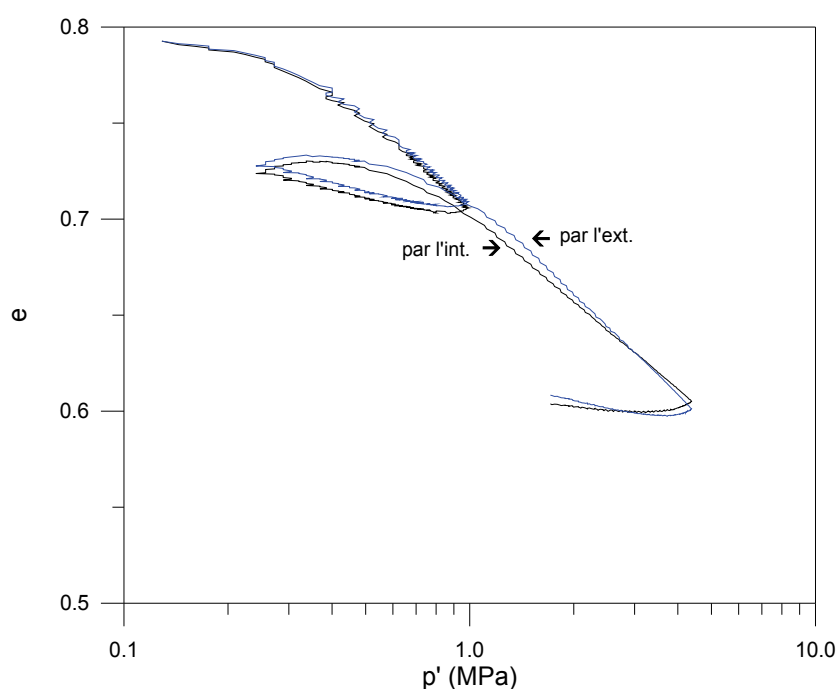


Figure 3-11: Comparaison entre les mesures externes et internes (méthode des capillaires) (Sultan, 1997)

Shao (1987) cité par Dahou (1995) a montré une bonne concordance entre la méthode des capillaires et de mesure par des jauges collées sur la craie de Lezennes. En comparant des mesures externes avec la méthode des capillaires (interne) sur l'argile de Boom, Sultan (1997) a trouvé également un bon accord (Figure 3-11).

L'utilisation de jauges collées sur l'échantillon de craie est très délicate en raison de la forte porosité provoquant une importante déformation (de l'ordre de 10%) et des difficultés pour maintenir l'étanchéité de la membrane (Gourri, 1991). Les travaux de Lo Presti et al. (1998) ont montré que la mesure externe de la déformation axiale sous-estime la rigidité de roches tendres, alors que le système LVDT permet de mieux l'estimer.

Le dispositif du système LVDT est présenté sur la Figure 3- 12. Cinq capteurs se trouvent sur les trois anneaux maintenus parallèles sur l'échantillon au moyen de ressorts. Situés au milieu de l'échantillon dans un plan orienté à 120°, trois LVDT radiaux sont placés sur l'anneau central. Cette disposition prévient la translation de l'échantillon et la rotation de l'anneau. Les deux capteurs axiaux sont posés sur l'anneau supérieur et permettent de mesurer le déplacement relatif entre l'anneau supérieur et l'anneau inférieur (25,33 mm). La gamme de travail des capteurs radiaux est de 2,54 mm et celle des capteurs axiaux 12,27 mm.

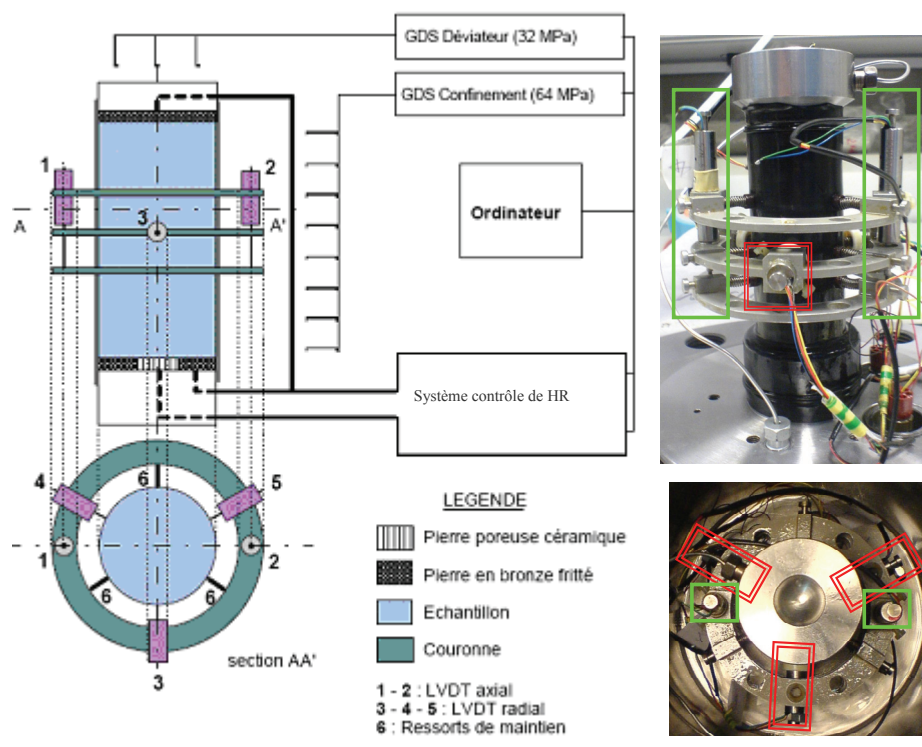


Figure 3- 12 : Système de mesures LVDT (2 axiaux et 3 radiaux)

3.3.1.3 Système expérimental

Dans le cas de l'essai saturé à l'eau, un GDS basse pression (2 MPa) a été utilisé comme contre pression. Ce GDS contre pression permet de tenir la saturation de l'échantillon au cours de l'essai. L'ensemble de ce dispositif expérimental est présenté sur la Figure 3-13.

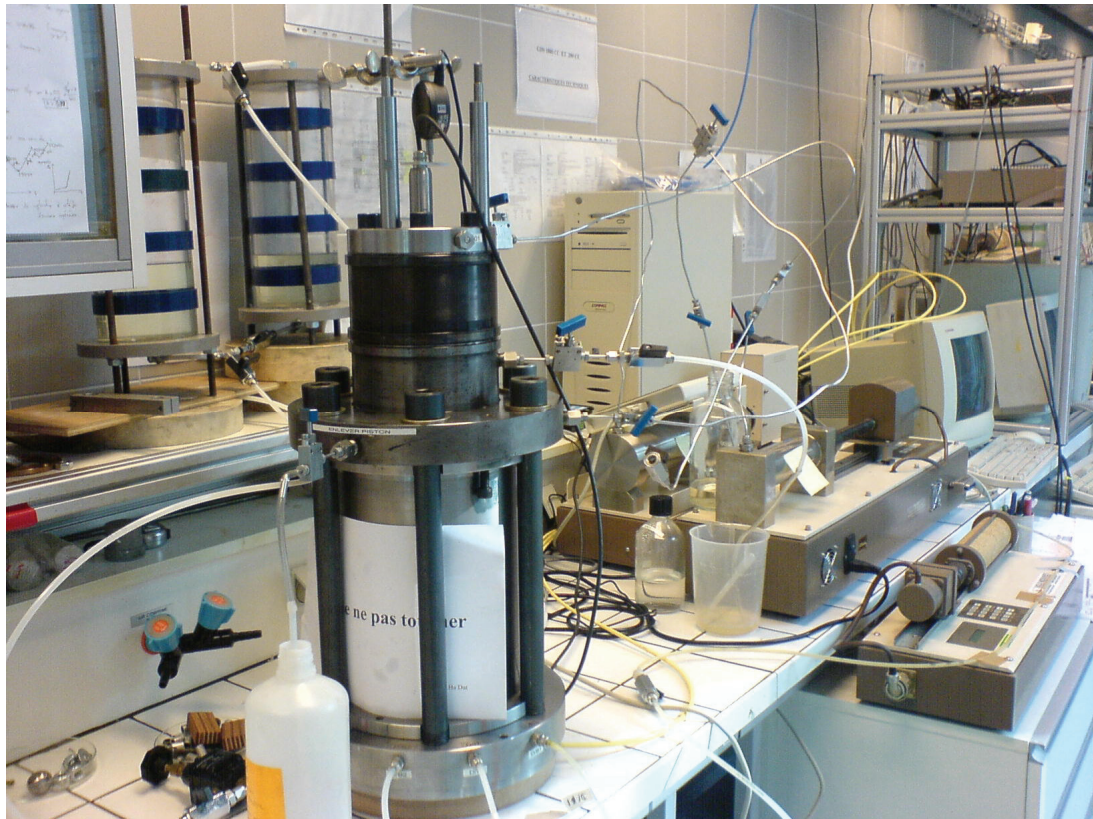


Figure 3-13 : Dispositif de la cellule triaxiale dans le cas de l'essai saturé à l'eau. De gauche à droite (Réservoir d'huile de silicone, Cellule, GDS de confinement, GDS déviatorique, GDS contre pression et système d'acquisition)

Deux réservoirs d'huile permettent de fournir suffisamment d'huile désaérée dans l'enceinte de confinement. Les deux GDS, confinement et déviatoriques, contrôlent non seulement les pressions mais aussi les volumes de fluide injecté ou expulsé dans l'enceinte de confinement et la chambre déviatorique. Ainsi, ce dispositif expérimental permet d'effectuer tout type d'essais sur la craie : essai isotrope, essai déviatorique à confinement constant et essai sur chemin radial. Le système d'acquisition est effectué à l'aide d'un ordinateur. Il enregistre régulièrement ces différentes données :

- Pression et volume dans l'enceinte de confinement
- Pression et volume déviatorique dans la chambre déviatorique
- Pression et volume de contre pression du GDS contre pression dans l'échantillon
- Déplacement axial du piston de capteur « mitutoyo »
- Force du capteur de force
- Déplacement de l'échantillon mesuré par le système de capteur LVDT

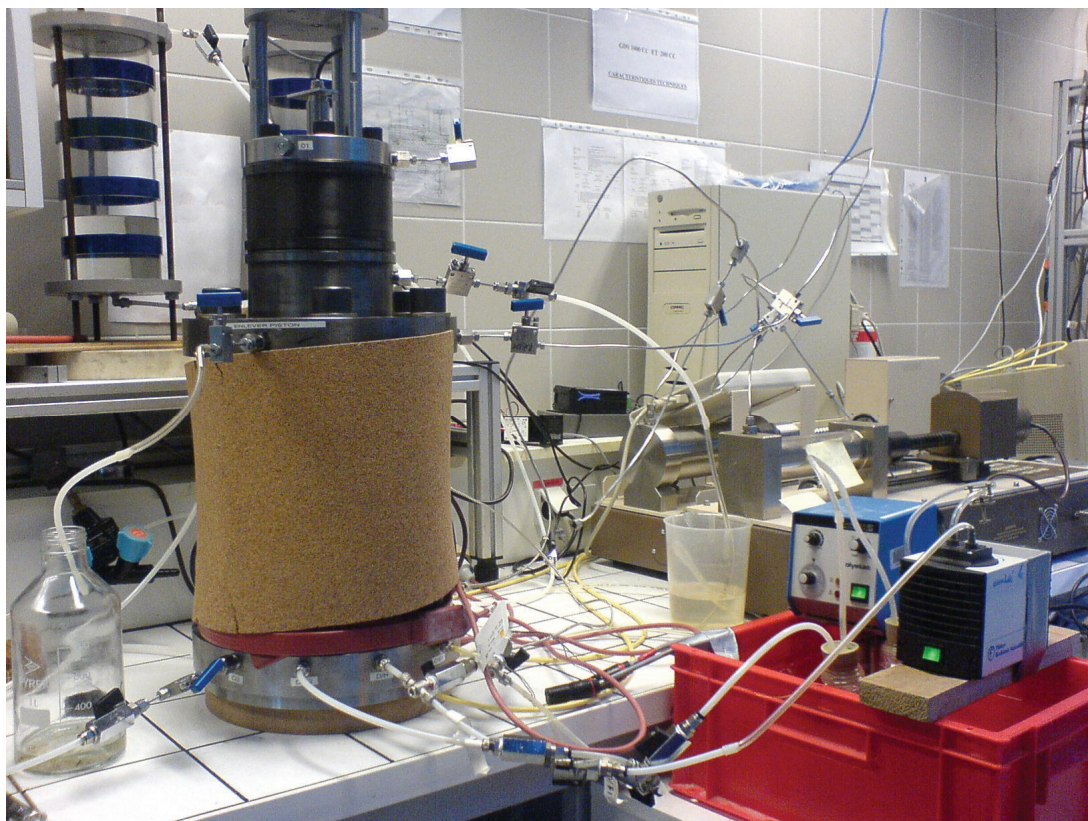


Figure 3-14: Dispositif de la cellule triaxiale dans le cas de l'essai à succion contrôlée

L'ensemble de ce dispositif expérimental est installé dans une chambre climatisée (température ambiante de 25 ± 1 °C). Par ailleurs, des travaux de Dahou (1995) et Xie (2005) sur la craie de Lixhe ont montré que le comportement mécanique de cette craie est très peu influencé par la température ambiante (20 ± 4 °C).

En ce qui concerne le dispositif expérimental pour l'essai à succion contrôlée par phase vapeur, la température ambiante joue un rôle très important pour contrôler la succion. C'est pourquoi, on a ajouté un bain thermostaté, deux cordons chauffants et une couverture en bois de liège à l'extérieur de l'enceinte de confinement permettant de maintenir la température constante à $25 \pm 0,1$ °C autour de la cellule et de la solution saline (Figure 3-14). Deux capteurs d'humidité relative situés en sorties des circuits de drainage détectent le début de l'essai et vérifient le niveau de succion à contrôler. Alors, le programme d'acquisition, dans le cas de l'essai à succion contrôlée, contribue entièrement à l'enregistrement régulier des données de température et d'humidité relative.

3.3.2 *Procédure de l'essai*

Beaucoup de problèmes imprévus (fuites, perçage de membrane, air dans l'huile...) peuvent se produire au cours de l'essai. Il est donc nécessaire de suivre une procédure extrêmement rigoureuse. Par ailleurs, cette procédure sert également à maintenir un mode opératoire pour une bonne répétabilité des essais et assurer une bonne précision des résultats. Cette procédure suit les étapes suivantes :

- Préparation de l'échantillon
- Montage de l'essai
- Réalisation de l'essai
- Démontage de l'essai

Dans cette partie, on se concentre sur la préparation de l'échantillon et la procédure du montage de l'essai.

3.3.2.1 *Préparation de l'échantillon*

Afin d'obtenir un essai de qualité, il est nécessaire de préparer soigneusement les échantillons. L'utilisation d'une scie à grosse, d'une carotteuse et d'une rectifieuse permettent de s'assurer la forme cylindrique (38 x 76 mm) et la quantité nombreuse d'échantillon de craie d'Estreux (Figure 3-15).



Figure 3-15 : Photographie de la carotteuse et de la scie à grosse

Cinq blocs prélevés (20 x 40 cm²) dans la carrière d'Estreux ont été conservés par paraffine et mis dans la chambre de réserve pour préserver les propriétés de la craie in situ.

Le sciage, le carottage et la rectification sont réalisés à l'air afin d'éviter l'effet indésirable de l'eau sur la craie. Ces manipulations réclament aussi des précautions particulières (fixation des blocs, l'adaptation de la pression d'air et de la vitesse descente pour que l'échantillon sorte du tube de carottage, poussière...)

La préparation de l'échantillon pour l'essai sec, saturé et à succion contrôlée est identique au cas de l'essai oedométrique.

3.3.2.2 Procédure du montage de l'essai

La procédure de montage de l'essai nécessite une préparation du poste de travail. Cette préparation doit être effectuée soigneusement car elle influence directement les résultats de l'essai. Le remplissage de l'huile désaérée dans deux réservoirs et deux GDS assure une bonne application de la pression. Une bonne préparation des connexions, des vannes évite des fuites et une perte de temps...

Après avoir fini la préparation du poste de travail, le montage de l'échantillon est réalisé. Quelques étapes du montage de l'échantillon sont présentées sur la Figure 3- 16.

- Mise en place de l'échantillon et de LVDT: Pour l'essai saturé et à succion contrôlée, pendant la mise en place de l'échantillon dans la cellule, une couche de papier filtre placée autour de l'échantillon permet de faciliter l'échange d'eau ou de vapeur d'eau dans toute la hauteur d'échantillon. En raison de la haute pression, deux membranes néoprènes de $\Phi 37$ et $\Phi 38$ sont utilisées. Après avoir ajouté les joints inférieurs pour plaquer les deux membranes sur la gorge de l'embase, le système LVDT est monté au moyen de ressorts et à l'aide des cales situées sur l'embase. Une fois le système LVDT monté, la plaque d'application de la charge est fixée par des joints.

- Montage de la cellule: L'enceinte de confinement et le chapeau autocompensé sont consécutivement montés sur l'embase au moyen de la grue. Ils sont assemblés par six vis à haute résistance. Le remplissage d'huile dans l'enceinte de confinement est effectué par gravité au niveau de la connexion basse de confinement à l'embase. Cela y évite l'existence de bulles d'air piégées. Après le montage de la cellule, la pression de confinement (0,1 MPa) est appliquée comme condition initiale. En général, le volume d'huile du GDS s'est stabilisé une journée après application de pression initiale (0,1 MPa). Cette condition initiale est liée à la mise en place de l'appareillage, à la déformation des joints, des connexions et la désaération. Pour les essais à succion contrôlée, même si un pré-équilibrage de succion a été

réalisé, il faut deux jours pour stabiliser les échanges de vapeur d'eau et maintenir un équilibre au cours de l'essai. De Gennaro et al. (2003) a montré qu'il faut quelques jours pour la stabilisation des échanges de fluide après un pré-équilibre par la méthode osmotique. Normalement, la procédure du montage de l'essai dure deux journées.

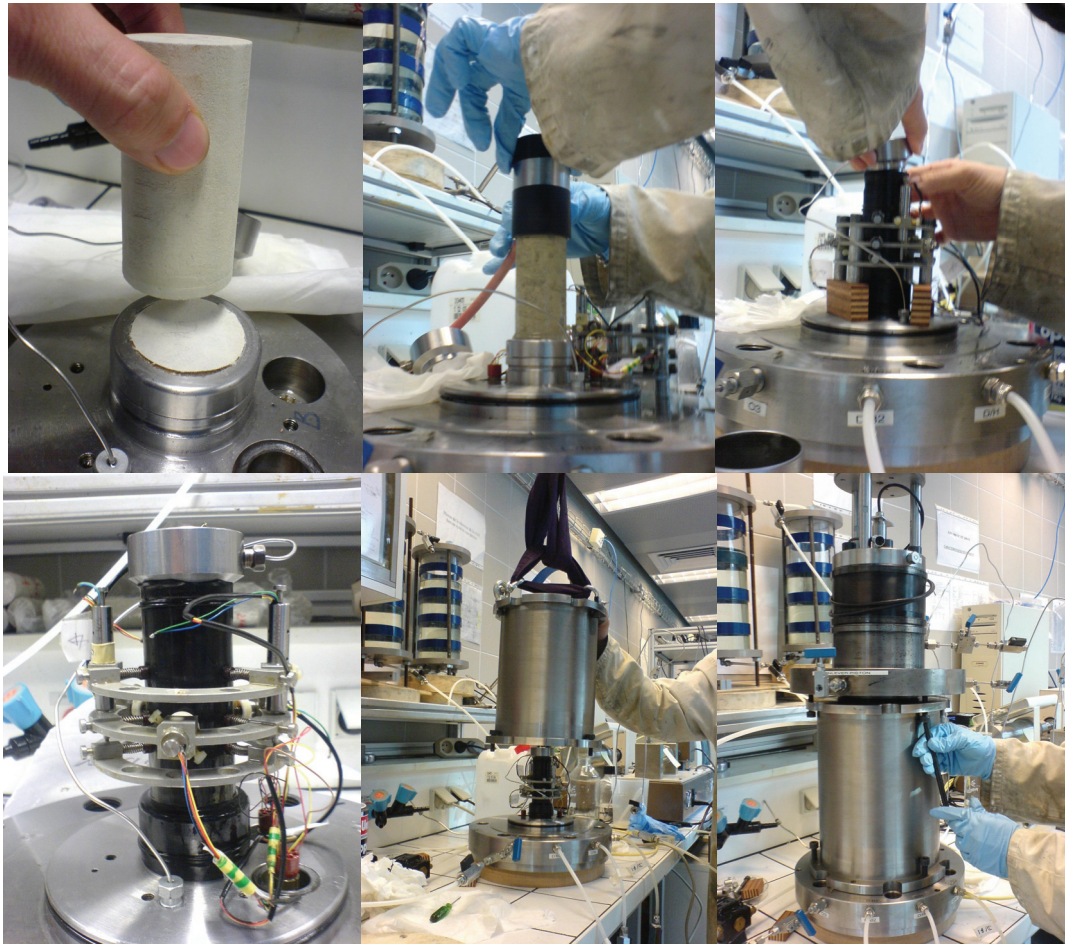


Figure 3- 16 : Photographie de la procédure du montage de l'essai

3.3.3 Méthodologie d'étude et programme d'essai

3.3.3.1 Méthodologie d'étude

Trois variables (p , q , s) pour la craie partiellement saturée sont utilisées afin d'interpréter les résultats : la contrainte moyenne nette $p = p_{\text{total}} - u_a$ (où u_a est la pression d'air), le déviateur des contraintes q et la succion $s = u_a - u_w$ (où u_w est la pression d'eau).

A partir de la courbe de rétention d'eau obtenue au chapitre précédant, il a été décidé d'étudier principalement un niveau de succion de 4,2 MPa correspondant à peu près à 8 % d'eau, ce qui est possible à reproduire et à contrôler par la méthode phase vapeur.

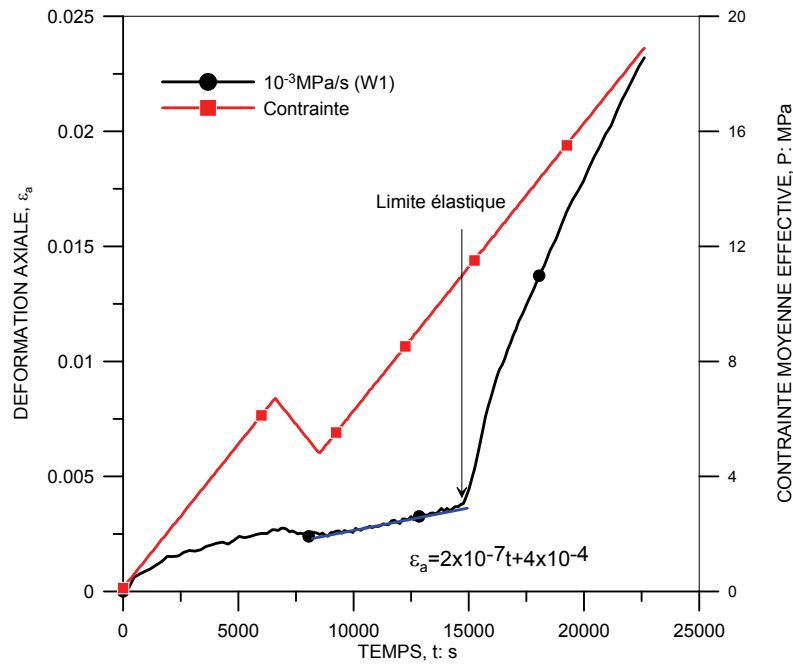


Figure 3-17: Déformation axiale en fonction du temps de l'essai saturé (10^{-3} MPa/s)

Le choix de la vitesse de chargement est très important car il permet d'avoir une bonne concordance entre les résultats isotropes à effort imposé et déviatoriques à vitesse de déplacement contrôlée. Dans le cas de l'essai isotrope, une vitesse au chargement imposée égale à 10^{-3} MPa/s a été adoptée comme la référence. Cette vitesse correspond aux vitesses admissibles pour la craie dans la littérature (Gourri, 1991, Dahou, 1995, Homand & Shao, 2000, Schroeder, 2002, De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005, Xie, 2005)). A partir de cet essai, on pourrait déterminer la vitesse de déplacement contrôlée ($1\mu\text{m}/\text{min} \sim 2.10^{-7}/\text{s}$) dans le cas de l'essai déviatorique (Figure 3-17). Les effets du temps ont été principalement étudiés à l'aide du changement de vitesse de chargement - isotache (Suklje, 1957, Bjerrum, 1967, Kim & Leroueil, 2001, Leroueil, 2006, Hickman & Gutierrez, 2007, De Gennaro & Pereira, 2008).

Il est important de représenter la notion du domaine élastique pour les géomatériaux. Dans le plan des déformations-contraintes, il est défini par le domaine à l'intérieur duquel les déformations sont réversibles. La détermination de la limite élastique doit être identique pour toute l'étude (Lemaitre & Chaboche, 1985). Homand (2000) a utilisé la méthode de « la règle » appliquée sur la craie de Lixhe pour simuler le comportement élastique par une droite. Dans cette étude pour les essais triaxiaux, la limite élastique est calculée comme dans l'essai oedométrique sur le plan $(\log p, e)$ pour l'essai isotrope et sur le plan (q, ε_a) pour l'essai déviatorique.

3.3.3.2 Programme d'essai

Le Tableau 3-3 présente le programme des essais réalisés aux trois niveaux de succion (sec, succion 4,2 MPa et saturé). Au total, vingt-deux essais ont été effectués: 7 essais saturés, 7 essais à succion contrôlée et 8 essais secs. Dans ce programme, non seulement le comportement hydrromécanique de la craie a été étudié mais aussi les effets du temps à l'aide de changement de vitesse de chargement, le fluage et la relaxation ont été examinés. Un essai isotrope à succion contrôlée, dont la vitesse de chargement est égale à dix fois la vitesse de référence, a été réalisé. Quatre essais déviatoriques ont une variation de vitesse de déformation. Une contre pression égale à 1 MPa a été appliquée pour tous les essais saturés.

Tableau 3-3: Programme des essais triaxiaux

Etat	Echan.	Type d'essai	P _{confinement} (Mpa)	Fluage	Isotach	Relax.	Vitesse de chargement
Saturé	W1	isotrope	-	-	-	-	10 ⁻³ MPa/s
	W2	déviatorique	0,4	-	-	-	1 μm/s
	W3	déviatorique	0,6	-	-	-	1 μm/s
	W4	déviatorique	1,1	-	-	-	1 μm/s
	W5	déviatorique	2,1	-	-	-	1 μm/s
	W6	déviatorique	5,1	-	oui	oui	1 μm/s-0,1 μm/s-R-10 μm/s-1 μm/s
	W7	déviatorique	8,1	-	oui	-	1 μm/s-0,1 μm/s-10 μm/s
Succion (4,2MPa)	S1	isotrope	-	oui	-	-	10 ⁻³ MPa/s-F
	S2	isotrope	-	-	oui	-	10 ⁻² MPa/s-10 ⁻³ MPa/s
	S3	déviatorique	0,4	-	-	-	1 μm/s
	S4	déviatorique	2,1	-	-	-	1 μm/s
	S5	déviatorique	6,1	-	-	-	1 μm/s
	S6	déviatorique	8,1	-	-	oui	1 μm/s-R
	S7	déviatorique	12	oui	-	-	1 μm/s-F
Sec	D1	isotrope	-	oui	-	-	10 ⁻³ MPa/s-F-10 ⁻³ MPa/s
	D2	isotrope	-	-	-	-	10 ⁻⁴ MPa/s
	D3	déviatorique	0,5	-	-	-	1 μm/s
	D4	déviatorique	0,5	-	-	-	10 μm/s
	D5	déviatorique	1	-	-	-	1 μm/s
	D6	déviatorique	2,1	-	-	-	1 μm/s
	D7	déviatorique	8,1	-	oui	-	1 μm/s-0,1 μm/s
	D8	déviatorique	15	oui	oui	-	1 μm/s-10 μm/s-F

Les dimensions des échantillons sont présentées dans le Tableau 3-4.

Tableau 3-4: Récapitulation des dimensions des échantillons

Essai	D (mm)	H (mm)	m _{test} (g)	m _{sec} (g)	Srw	n	e
D1	38,15	75,89	152,55	152,55	0	0,358	0,557
D2	37,91	76,92	150,87	150,87	0	0,366	0,576
D3	37,88	76,28	152,31	152,31	0	0,353	0,546
D5	37,83	75,93	149,25	149,25	0	0,361	0,566
D6	38,04	75,95	150,46	150,46	0	0,364	0,571
D7	37,89	74,87	146,96	146,96	0	0,364	0,571
D8	37,72	75,97	146,55	146,55	0	0,37	0,586
S1	37,9	76,19	152,01	149,57	0,08	0,365	0,574
S2	37,41	75,68	150,32	147,8	0,086	0,351	0,541
S3	37,93	76,23	155,17	152,75	0,08	0,352	0,544
S4	37,87	76,13	152,87	150,12	0,088	0,361	0,564
S5	38,18	76,26	155,87	153,03	0,09	0,36	0,563
S6	37,96	76,38	156,12	153,36	0,088	0,352	0,544
S7	37,85	76,25	154,17	151,28	0,095	0,356	0,553
W1	37,93	76,5	178,09	148,68	0,92	0,372	0,592
W2	38,01	76,04	178,59	150,27	0,9	0,364	0,572
W3	37,76	75,48	175,68	145,13	0,97	0,373	0,595
W4	37,97	76,43	180,17	149,04	0,97	0,371	0,59
W5	38,01	76,89	180,98	150,4	0,95	0,371	0,589
W6	37,81	76,53	178,54	149,84	0,92	0,363	0,57
W7	37,66	76,65	176,65	147,88	0,92	0,368	0,581

3.3.4 Synthèse des résultats sur le comportement hydromécanique

L'analyse du comportement hydromécanique de la craie est basée sur les résultats des essais au chargement à vitesse de référence de 10^{-3} MPa/s et de $1\mu\text{m/s}$. Les autres essais concernent des essais à vitesses de chargement variables et de fluage pour l'étude du comportement différé de la craie d'Estreux.

3.3.4.1 Essai isotrope

La Figure 3-18 présente les résultats des essais de compression isotrope de la craie à trois niveaux de succion (sec, succion 4,2MPa et saturé). L'évolution de la contrainte moyenne effective en fonction de la déformation volumique à trois niveaux de succion est composée de trois phases:

- La première phase est liée à un comportement « élastique »
- La seconde présente un effondrement, « pore collapse », la craie entre dans la phase plastique
- Enfin, la dernière montre que la craie s'écrouit.

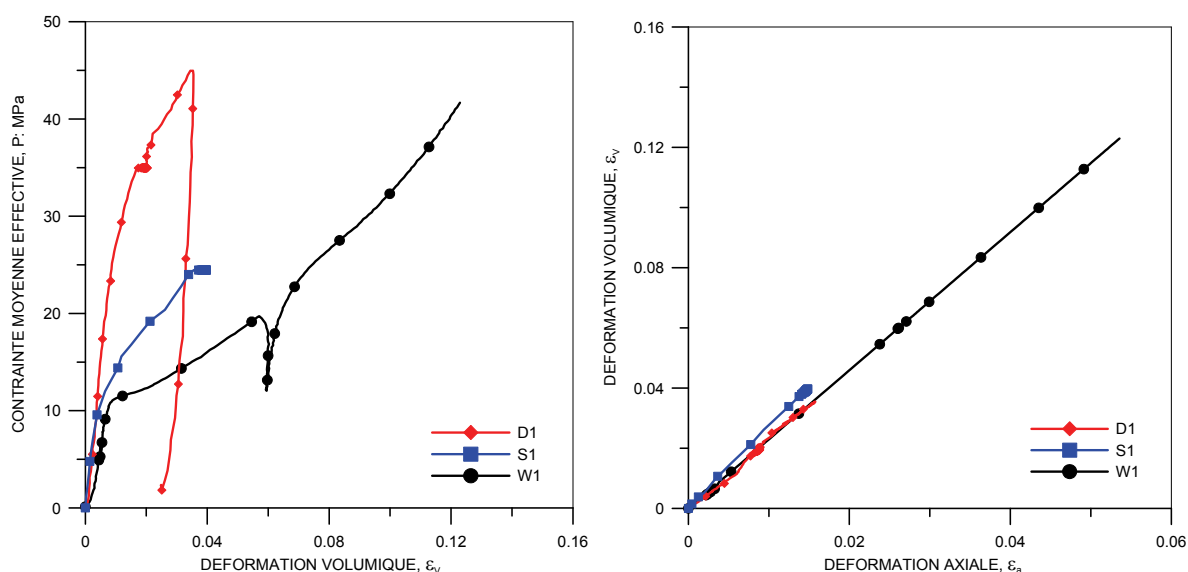


Figure 3-18: Comportement isotrope de la craie d'Estreux

Ce comportement dit « pore collapse » de la craie d'Estreux est bien en accord avec observations effectuées sur les autres craies (Dahou, 1995, Papamichos et al., 1997, Homand & Shao, 2000, Schroeder, 2002, De Gennaro et al., 2004, Priol, 2005, Xie, 2005).

On observe aussi une bonne cohérence des courbes à différentes succions avec une augmentation de la limite élastique en fonction de la succion. Ces résultats correspondent bien

aux caractéristiques classiques du comportement du sol non saturé, plus la succion est grande, plus la limite élastique est grande. Un affaiblissement de la craie en présence d'eau est donc possible. Dans la première phase, il est à noter que les deux courbes de l'essai sec, D1 et à succion contrôlée, S1 sont écartées de celle de l'essai saturé, W1. L'échantillon S1 contient très peu d'eau, 8 % de degré de saturation qui a confirmé cette observation.

Le plan (ε_a , ε_v) dans la Figure 3-18 présente une légère anisotropie de la craie d'Estreux. Cette anisotropie est classique pour une roche sédimentaire. L'évolution similaire de l'échantillon saturé et sec ne permet pas de dégager un comportement particulier en fonction de la succion.

3.3.4.2 Essai déviatorique

Des essais déviatoriques ont été effectués afin de compléter les essais isotropes. En général, deux chemins de charges sont utilisés pour l'étude du comportement déviatorique de la craie : à confinement constant et sur chemin radial ($p/q = \text{cste}$). Priol, 2005 a étudié le comportement mécanique multiphasique de la craie de Lixhe en utilisant les essais sur chemin radial à 15°, 30° et 45°. Dans cette partie, nous avons réalisé des essais déviatoriques à confinement constant.

L'essai déviatorique à confinement constant est effectué en deux phases. Dans la première, le confinement est appliqué sur l'échantillon jusqu'à la valeur désirée avec la vitesse de chargement de référence (10^{-3} MPa/s) et obtenir la stabilisation des déformations. Dans l'autre phase, en maintenant le confinement, une contrainte déviatorique à vitesse de déformation est imposée. L'essai a été effectué jusqu'à la rupture ou une déformation élevée (environ 10 %).

Comme les sols et roches, le comportement déviatorique de la craie d'Estreux dépend de la contrainte de confinement. Deux comportements différents sont observés:

- Aux faibles contraintes de confinement, le comportement de la craie est fragile. Ce comportement fragile de la craie d'Estreux est présenté comme l'indique la Figure 3-19 sur l'échantillon saturé W2 à 0,4 MPa de confinement. L'évolution du déviateur en fonction de la déformation axiale est quasiment linéaire.

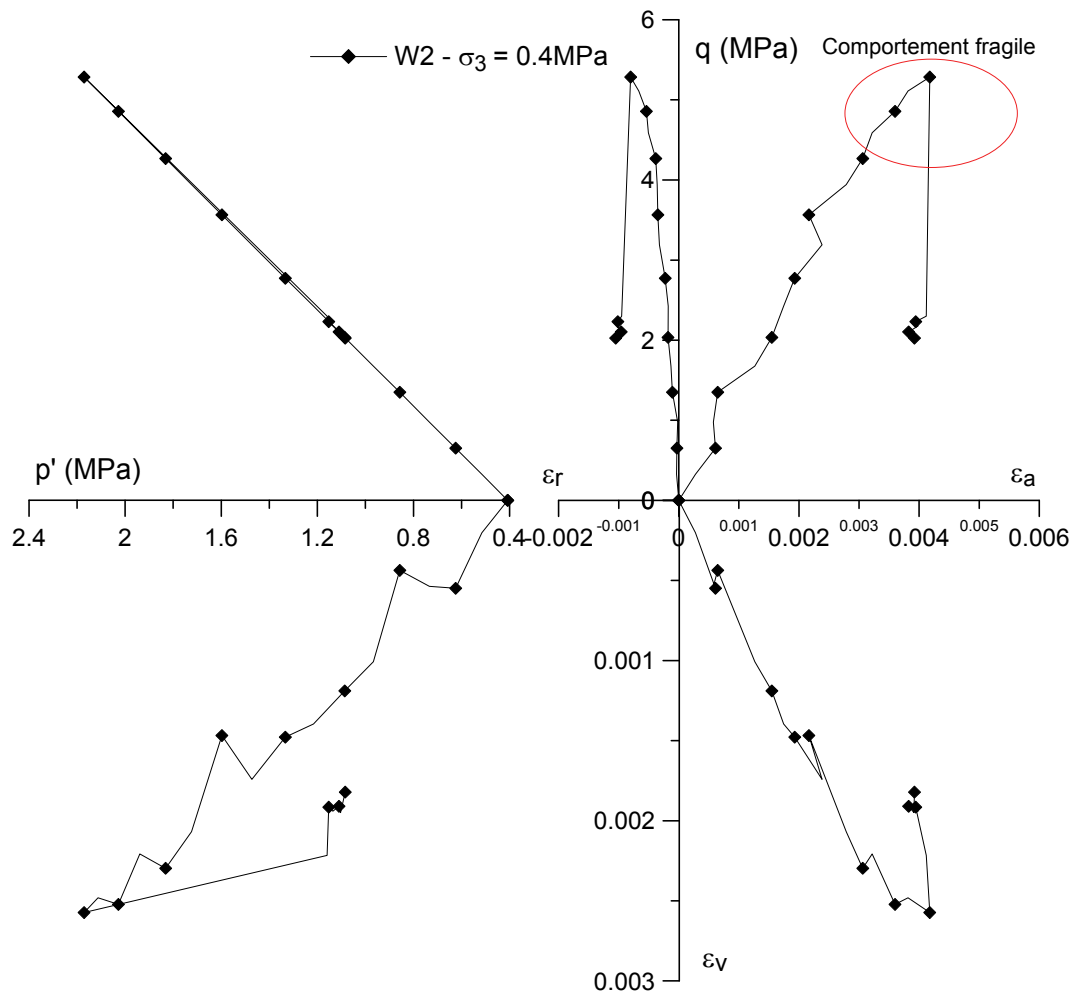


Figure 3-19: Comportement fragile pour un essai triaxial saturé à faible confinement (0,4MPa)

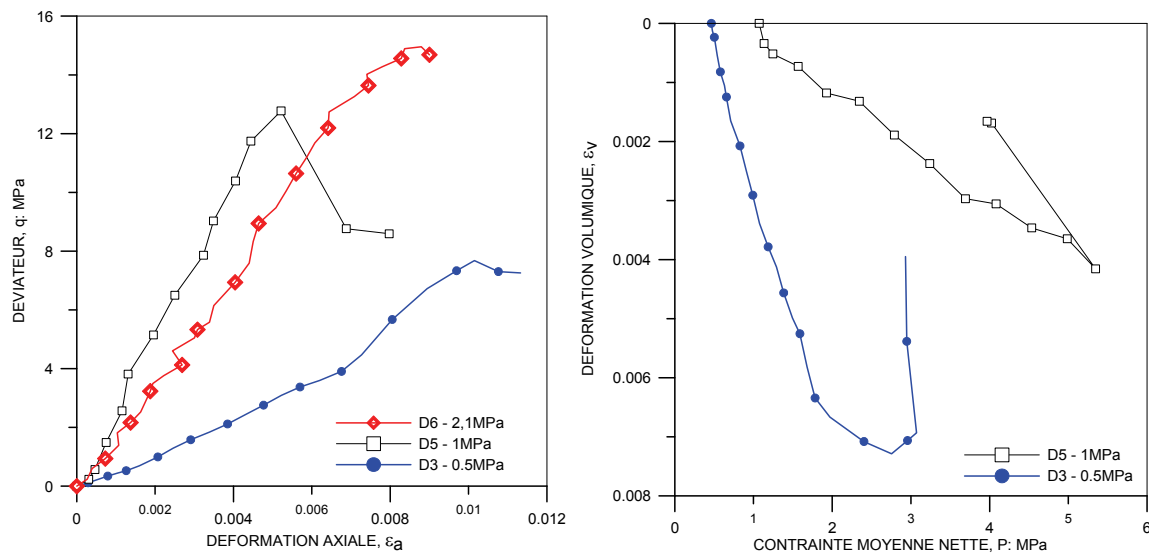


Figure 3-20: Essais triaxiaux secs aux faibles confinements

Comme montré sur la figure, l'échantillon est contractant et rompt à faible déformation ($\epsilon_a = 0,005$). Les Figure 3-20, Figure 3-21 et Figure 3-22 montrent les résultats effectués sur les échantillons secs, à succion contrôlée et saturé. On peut observer globalement un

comportement « quasi-élastique » jusqu'à la rupture. L'apparition de la phase plastique peut être observée par la présence de la courbure dans le plan (ε_a, q) quand la pression de confinement est élevée et la succion est baissée. Le système LVDT axial de l'essai D6 est tombé en panne au cours de l'essai. La courbe de l'essai W3 saturé au confinement 0,6 MPa est différente des autres sur la Figure 3-22. Cette différence peut s'expliquer par une déconcentration de l'échantillon à l'embase observée après le démontage. L'ensemble des résultats présente un comportement fragile de la craie d'Estreux aux faibles confinements et celui-ci se produit à tous les états de saturation de la craie (sec, succion et saturé). Dans tous les cas, la présence de la phase contractante à faible confinement de la craie est observée.

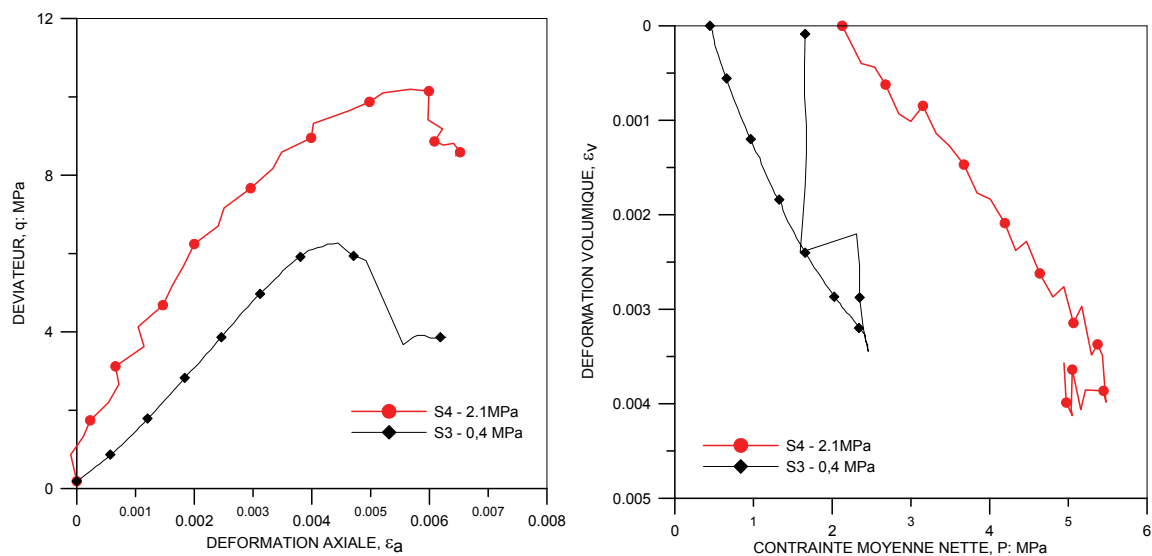


Figure 3-21: Essais triaxiaux à succion contrôlée aux faibles confinements

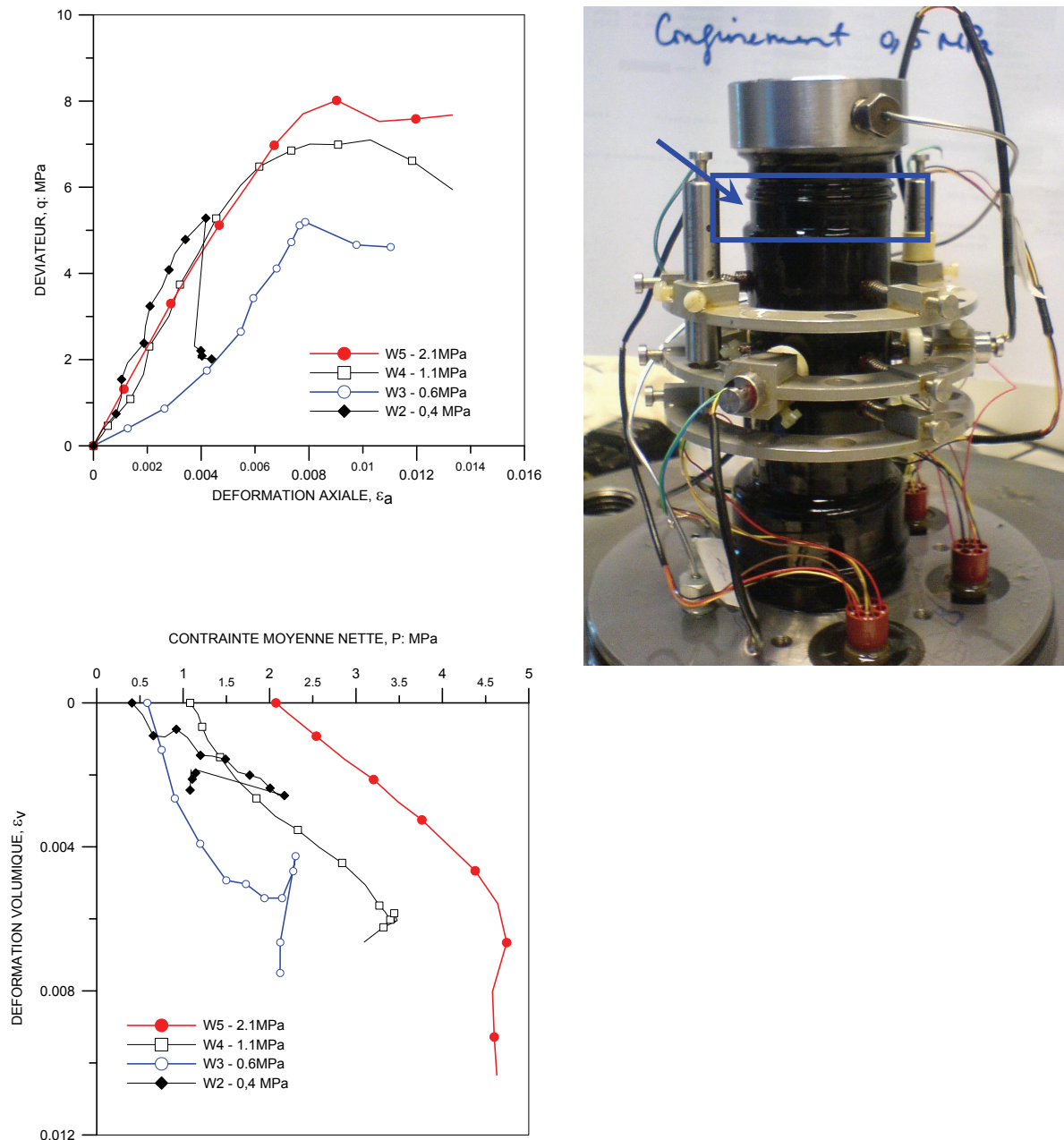


Figure 3-22: Essais triaxiaux saturés aux faibles confinements

■ Aux fortes contraintes de confinement, le comportement de la craie est ductile. Comme l'indique la Figure 3-23, l'échantillon S5 à succion contrôlée à 6,1 MPa se comporte de manière ductile. Quatre phases d'évolution contrainte - déformation ont été observées : linéaire, déstructuration, stabilisation et durcissement. Après la phase limite élastique, la craie s'écrouit jusqu'à la déstructuration complète de sa structure mais sans rupture de l'échantillon. Ce qui exprime un même mécanisme d'effondrement de pore « pore collapse » dans ce comportement isotrope. La déstructuration de la craie en phase « pore collapse » est due à la forte porosité de la craie d'Estreux.

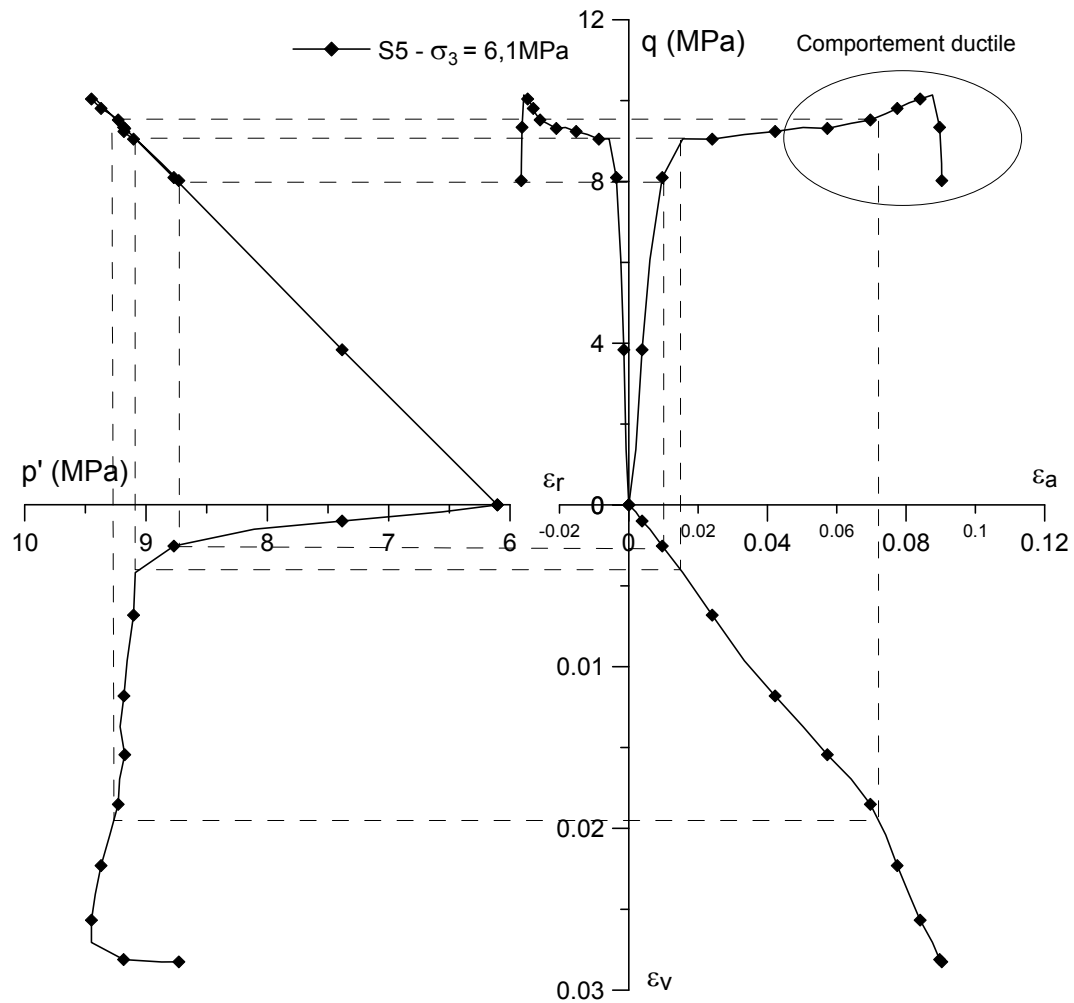


Figure 3-23: Comportement ductile pour un essai triaxial à succion contrôlée à fort confinement (6,1MPa)

L'ensemble des résultats sur les échantillons secs, à succion contrôlée et saturé montrés sur la Figure 3-24 présente une bonne concordance du comportement ductile aux forts confinements.

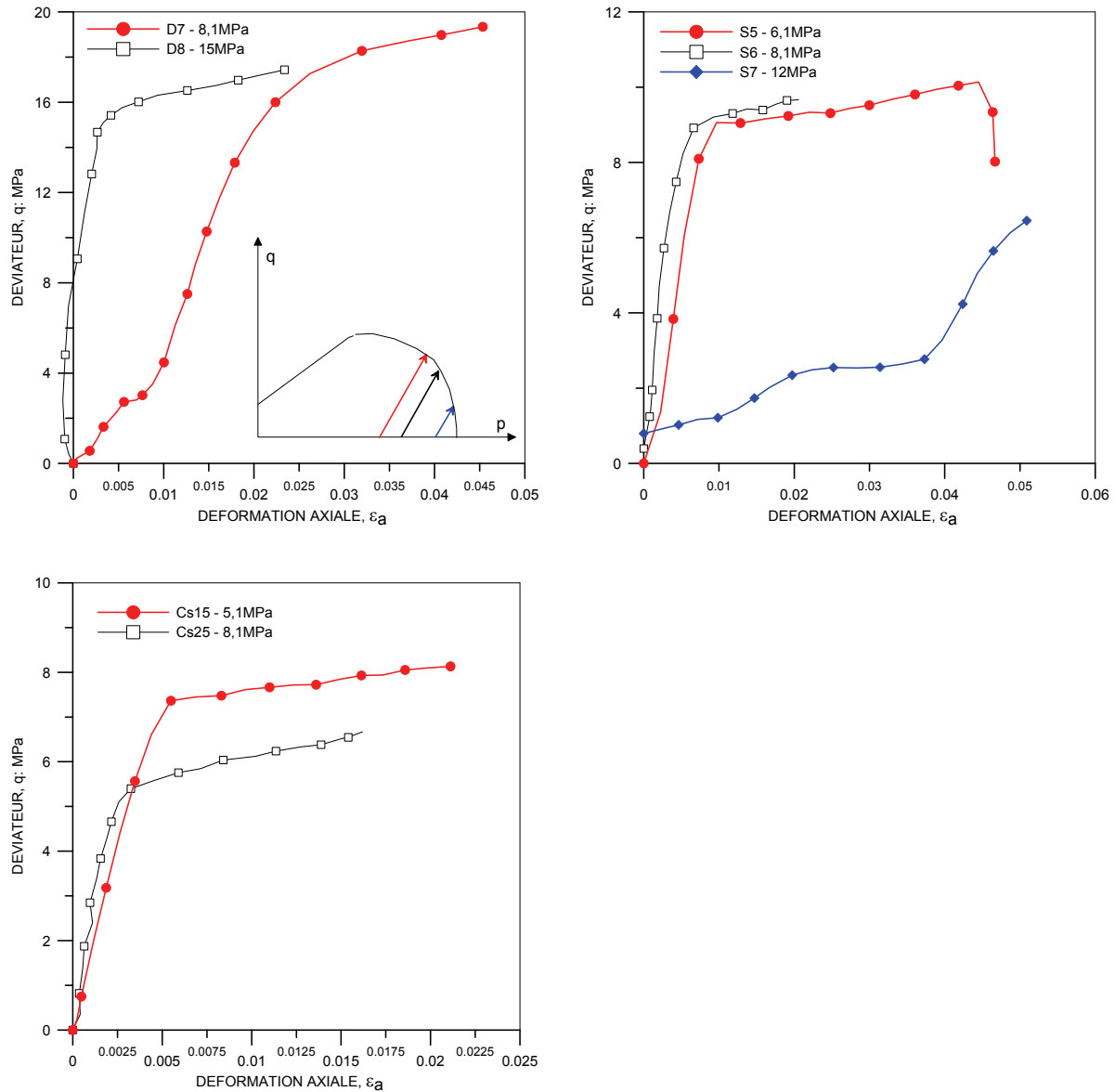


Figure 3-24: Essais triaxiaux aux forts confinements

3.3.4.3 Surface de charge

Les résultats des essais isotropes et déviatoriques ont permis de tracer les surfaces de charges de l'état saturé, succion et sec sur le plan (p , q) (Figure 3-25). Comme l'indique la figure, deux mécanismes de déformations plastiques ont été observés pour tout état de saturation de la craie: mécanisme en cisaillement ou mécanisme de rupture fragile équivalent au comportement aux faibles confinements et celui de « pore collapse » lié au comportement aux forts confinements. Ces observations sont bien en accord avec celles de la littérature. Les courbes sont bien ordonnées, la courbe à l'état partiellement saturé (succion 4.2 MPa) étant entre celle à l'état sec (théoriquement, succion infinie) et celle à l'état saturé (théoriquement,

succion nulle). Nous pouvons observer clairement une expansion du domaine élastique de la craie en passant de l'état saturé à celui en succion et à sec. Ceci correspond bien aux résultats sur les sols partiellement saturés (Alonso et al., 1990). Une bonne concordance des courbes montre un écrouissage homothétique de la surface de charge en fonction de la succion pour le mécanisme de « pore collapse ». Le Tableau 3-5 quantifie l'augmentation de la limite élastique de la craie de l'état saturé à l'état sec.

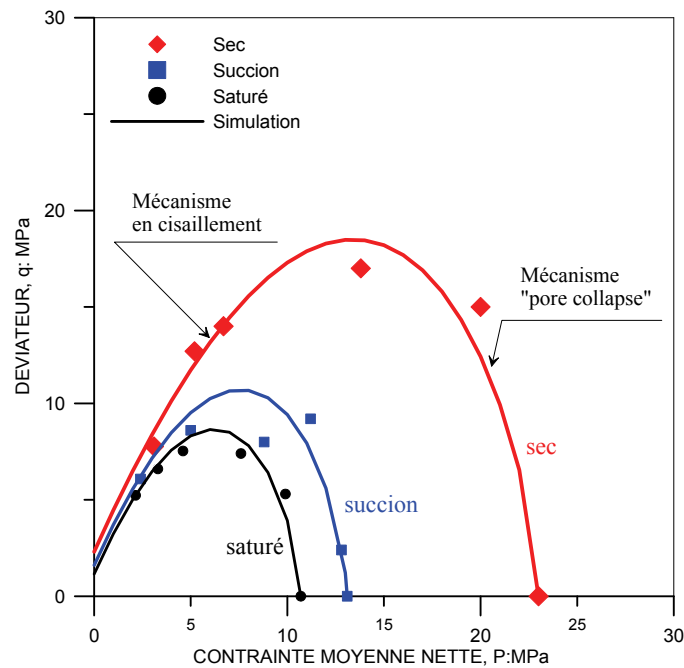


Figure 3-25: Surface de charge de la craie d'Estreux

Tableau 3-5: Evolution de la limite élastique isotrope en fonction de la succion

Etat	Pression limite isotrope (MPa)	Rapport p_0/p_{0-sat}
Eau	10,7	1
Succion	13,1	1,22
Sec	23	2,15

La direction d'écoulement plastique est calculée à partir du rapport de l'incrément de déformation déviatorique ($d\epsilon_d$) et celui de déformation volumique ($d\epsilon_v$) au début de la phase plastique :

$$d = \frac{d\epsilon_d}{d\epsilon_v} \quad (3.6)$$

La Figure 3-26 présente les directions d'écoulement plastique calculées pour trois états (sec, succion et saturé).

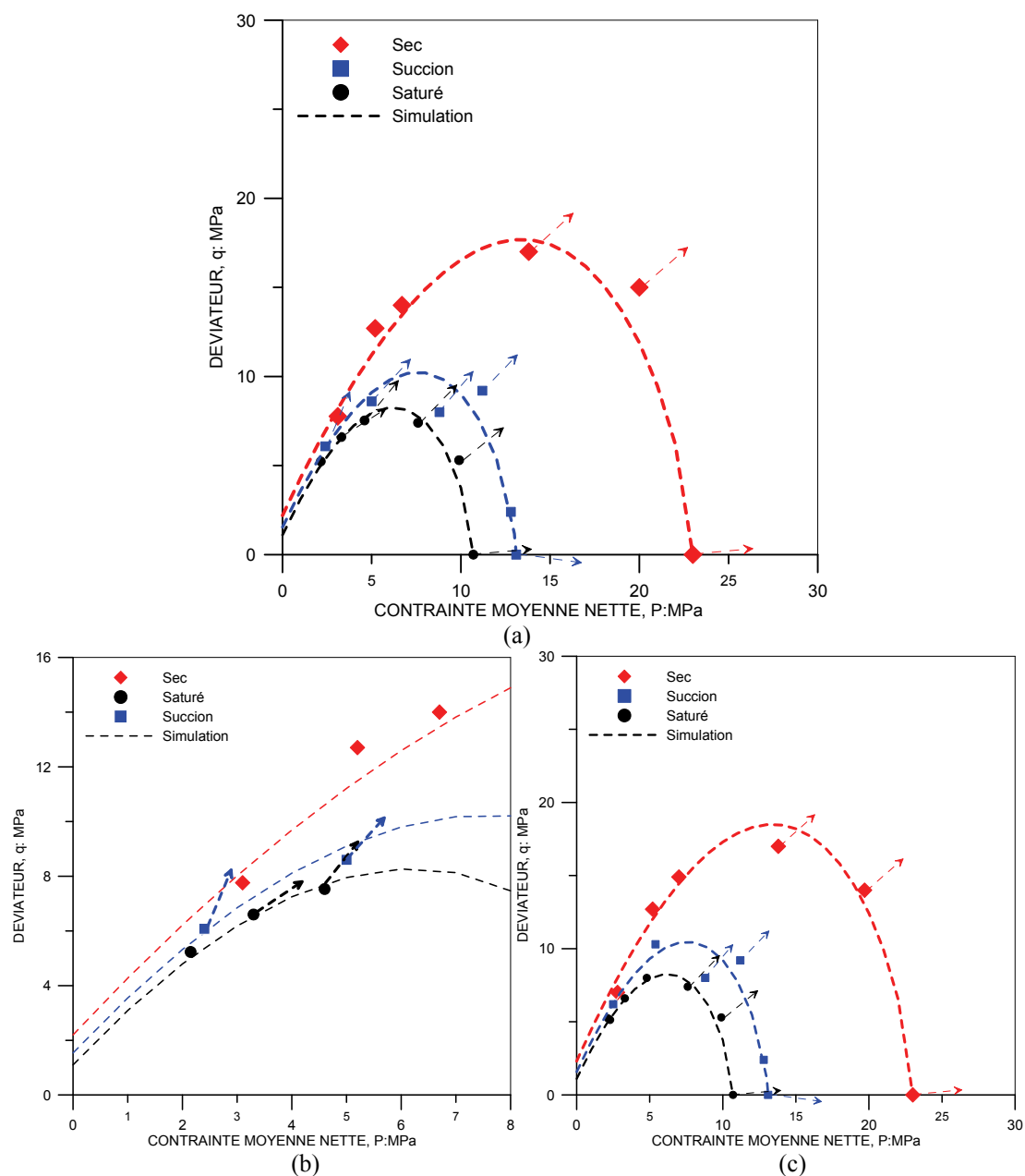


Figure 3-26: Direction d'écoulement plastique (a) globale, (b) dans le mécanisme en cisaillement et (c) dans le mécanisme de « pore collapse »

Dans cette figure, il n'y a pas de sens de direction pour l'essai S7 car il y avait un problème technique pour la mesure de déformation latérale au cours de cet essai. On observe que, pour le mécanisme de « pore collapse », l'évolution des directions d'écoulement plastiques est quasiment perpendiculaire à la surface de charge. Ce qui veut dire que l'écoulement plastique de la craie d'Estreux peut être considéré comme associé à ce mécanisme. Cependant, il est très délicat de déterminer la direction d'écoulement plastique pour le mécanisme en

cisaillement car il apparaît que la rupture joue un rôle très important sur les mesures (position de capteurs LVDT) et la déformation plastique est très faible par rapport à la déformation élastique. La craie est toujours contractante même si le chargement dépasse la limite élastique.

D'un point de vue quantitatif sur la loi contrainte – dilatance (contractance), on peut établir une fonction entre le rapport de charge ($\eta = \frac{q}{p}$) et la direction d'écoulement plastique (d) comme l'indique la Figure 3-27.

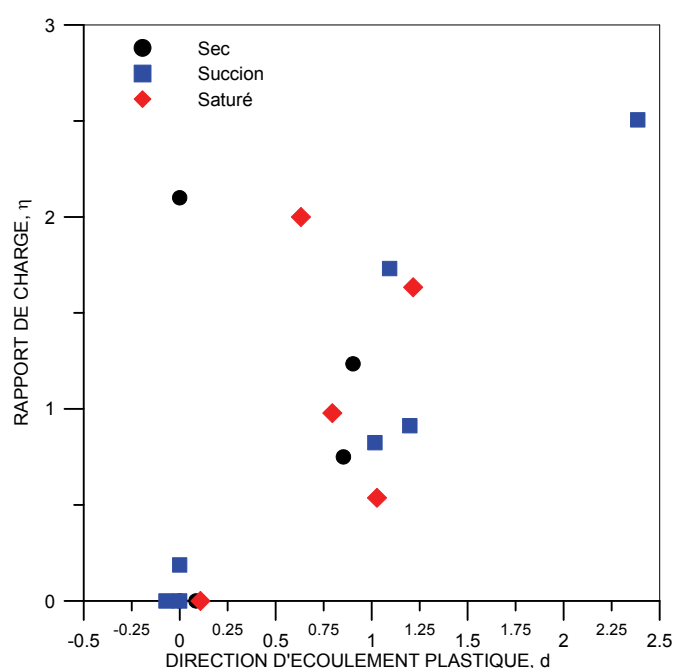


Figure 3-27: Rapport de charge en fonction de la direction d'écoulement plastique

3.3.4.4 Discussion

Dans ce travail, plusieurs essais triaxiaux ont été réalisés à trois différents états: sec, succion 4,2MPa et saturé. Les résultats obtenus ont mis en évidence les mécanismes « pore collapse » de la craie et l'effet de la succion.

Le comportement isotrope de la craie a déjà fait l'objet de plusieurs travaux. Le comportement « pore collapse » a été étudié par Shao (1978) cité par Dahou (1995) sur la craie blanche de Haubourdin, Homand (2000), Schroeder (2002), Collin et al. (2002), De Gennaro et al. (2003, 2004), Priol (2005) et Xie (2005) sur la craie de Lixhe. Quand la pression appliquée sur la craie est petite, la déformation due à la déformation des grains (coccolithes, plaquettes) crée un palier élastique. L'effondrement de pores se produit au

moment où la pression dépasse la limite élastique et conduit à la rupture de la structure poreuse (des ponts entre grains) due à la présence d'une forte contraction plastique et à la forte porosité de la craie. Lorsque la pression est suffisamment grande sur les grains de la craie, la diminution du volume des pores et la croissance de la surface de contact entre les grains mettent en évidence l'établissement d'un durcissement du matériau et d'un écoulement positif. La phase « pore collapse » est bien visible mais les positions exactes de début et de fin sont assez floues (Schroeder, 1995). Comme les sols non saturés, l'étude de l'influence de la succion sur les paramètres de compressibilité (élastique, plastique) de la craie est très importante. Cependant, il existe très peu d'études de cet effet sur la craie. La Figure 3- 28 reporte les paramètres élastiques et plastiques déterminés pour les essais isotropes à différents niveaux de succion. Il est à noter qu'on considère la succion de l'échantillon sec égale à 30 MPa basée sur la courbe de rétention.

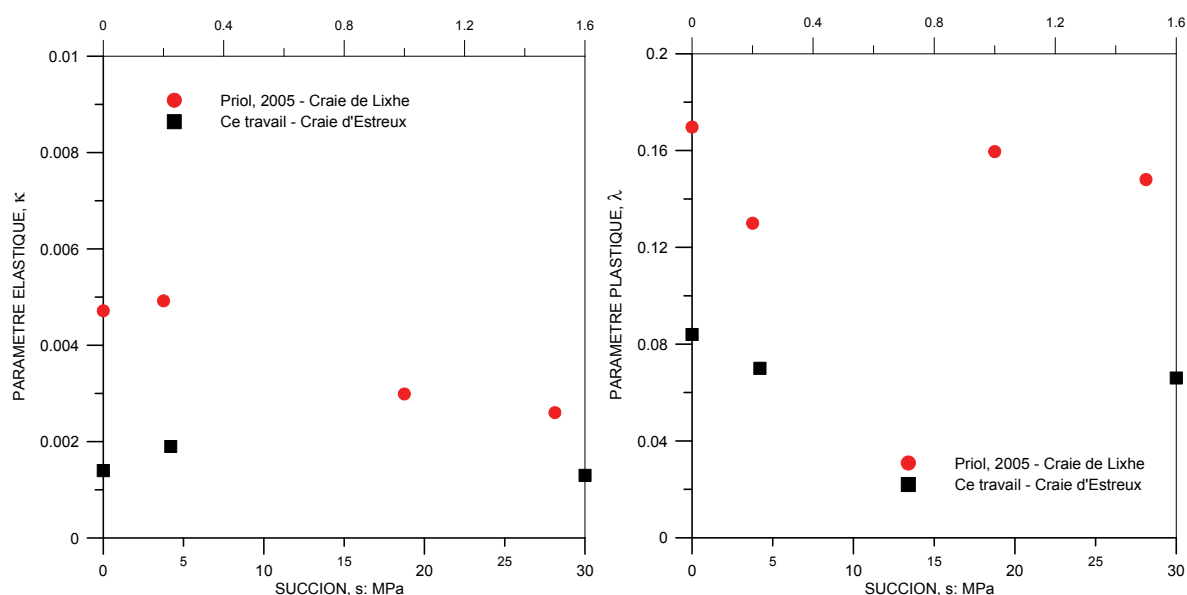


Figure 3- 28 : Evolution des paramètres κ et λ en fonction de la succion

La dispersion et le manque de données ne permet pas une détermination satisfaisante de la tendance pour le coefficient élastique κ . Cependant, une augmentation du coefficient élastique sous l'humidification a été observée pour la craie de Lixhe par Priol (2005) mais aussi pour les argiles gonflantes compactées (Marcial, 2003, Tang, 2005). Cette observation confirme une diminution de la rigidité (coefficient de compressibilité) en fonction de la succion. Dans ce cas, les grains sous l'humidification peuvent s'écarter et affaiblir la cimentation, leurs contacts et leur structure devient donc moins rigide. Par conséquent, la compressibilité des grains devient plus importante. L'indépendance du coefficient élastique par rapport à la succion a été proposé dans le modèle de Barcelone (BBM) pour les sols non saturés peu

plastiques (Alonso et al., 1990). Dans le présent travail, le paramètre plastique λ a diminué de 0,084 à 0,07 et à 0,066 lorsque la succion a augmenté de 0 MPa (état saturé) à 4,2 MPa et à 30MPa (état sec). Cette évolution est compatible avec les résultats obtenus de sols non-saturés et elle a été introduite dans le Model de Barcelone (Alonso et al., 1990) :

$$\lambda(s) = \lambda(0) \left[(1-r) \exp(-\beta s) + r \right] \quad (3.7)$$

Dans cette formule, $\lambda(0)$ est un coefficient de compression plastique à succion nulle, r est un coefficient de compression plastique minimale et β est un paramètre qui contrôle le taux de diminution de la compressibilité plastique $\lambda(s)$.

Les résultats de Priol (2005) sur la craie de Lixhe montrent aucune tendance pour le coefficient de compression plastique λ de la craie de Lixhe en fonction de la succion. Collin et al. (2002) considèrent également le coefficient de compression plastique de la craie de Lixhe constant.



(a) Faible confinement



(b) Fort confinement

Figure 3- 29 : Echantillon après essais triaxiaux déviatoriques

Le comportement déviatorique, dépendant de la contrainte de confinement, est très connu pour les sols et les roches. On a observé un comportement fragile aux faibles confinements, quasi -élasticité linéaire jusqu'à la rupture de la craie d'Estreux, illustré par une bande de cisaillement (Figure 3- 29a) et un comportement ductile aux forts confinements, un mécanisme similaire à l'essai isotrope qui ne conduit pas à la rupture à l'échelle macroscopique (Figure 3- 29b). La forte porosité de la craie, expliquée par Homand & Shao (2000), est primordiale à ce changement. En fait, quand le déviateur dépasse la limite élastique, la rupture de la structure de la craie (dôme à « arche » et « poutre », structures en

voûte, en poutre) provoque une rupture en chaîne. Lorsque la contrainte de confinement est encore petite, elle ne peut pas empêcher la déformation latérale due au déviateur, une rupture fragile est mise en évidence. Par contre, une pression élevée permet de diminuer la déformation latérale, d'augmenter la surface de contacts entre les grains. Ce qui équivaut à un renforcement du matériau et un écrouissage se produit jusqu'à la déstructuration complète.

La Figure 3-30 présente trois essais à faible confinement (2,1 MPa) et trois essais à fort confinement (8,1 MPa) à différents niveaux de succion. Comme montré sur la figure, l'effet de la succion est mis en évidence sur la même contrainte de confinement. L'augmentation de la limite élastique avec la succion est reportée dans le Tableau 3-6.

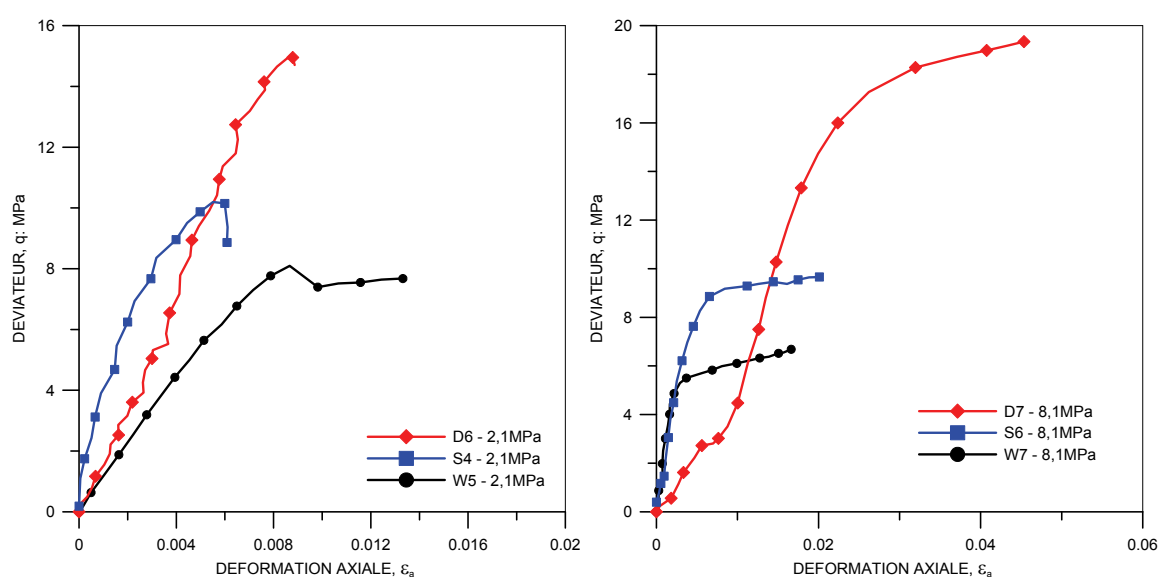


Figure 3-30: Influence de la succion sur l'évolution du déviateur de l'essai déviatorique

Tableau 3-6 : Evolution du déviateur en fonction de la contrainte de confinement

Etat	Contrainte de confinement (MPa)	
	2,1	8,1
Saturé	8	5,3
Succion 4,2MPa	10,3	9,2
Sec	15	17

L'ensemble des essais isotropes et déviatoriques a permis de mettre en évidence le comportement élastoplastique de la craie d'Estreux. La surface de charge montrée sur la Figure 3-25 présente une bonne cohérence entre les résultats de la craie de l'état sec, succion

et saturé. La diminution de la succion semble ne pas perturber la forme de la surface de charge.

Il est intéressant de noter que d'une part, la surface de charge à succion est plus proche de celle de l'état saturé que celle de l'état sec et d'autre part, l'échantillon à succion de 4,2 MPa contient très peu d'eau ($S_{rw} = 8 \%$). Cela explique l'affaiblissement de la craie en présence d'eau. Plusieurs simulations de la surface de charge ont été menées sur la craie. Deux mécanismes de pore collapse et de rupture fragile de la craie de Pietra Leccese ont été regroupé sur une seule surface de charge de Papamichos et al. (1997). Elle est liée au degré de saturation par la différence de surface de charge initiale. Homand & Shao (2000) ont décrit la surface de charge appliquée aux cas de saturation de l'eau ou de l'huile de la craie Lixhe en deux parties : le cap de pore collapse, et la droite de rupture fragile. La troisième partie de la surface de charge par la limite de traction a été ajoutée et le couplage hydro-mécanique dans le modèle de Barcelone (Alonso et al., 1990) a été intégré par De Gennaro et al. (2003), Collin et al. (2002).

3.3.5 Synthèse des résultats sur le comportement visqueux

3.3.5.1 Essai isotrope

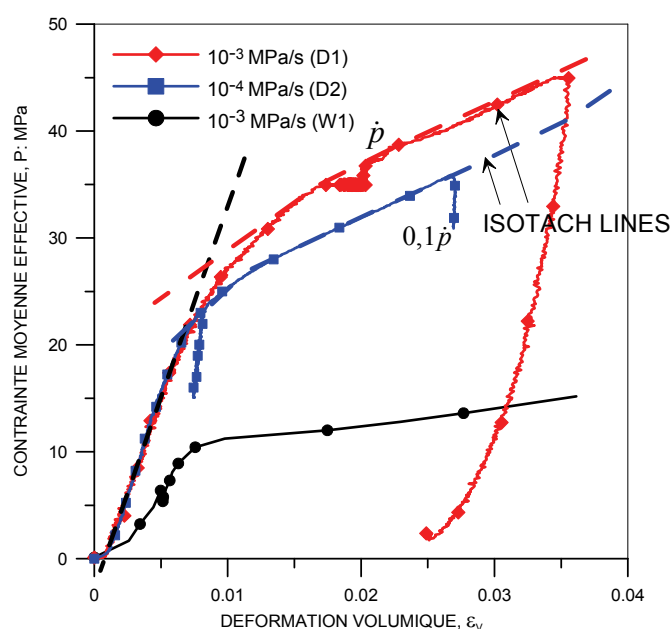


Figure 3-31: Influence de la vitesse de chargement sur le comportement isotrope de la craie d'Estreux

Les effets de la vitesse de chargement sur le comportement isotrope de la craie d'Estreux sont illustrés sur la Figure 3-31. Elle présente les résultats de deux essais secs à vitesses de chargement différentes ($\dot{p} = 10^{-3} \text{ MPa/s}$ et $0,1\dot{p} = 10^{-4} \text{ MPa/s}$). La courbe de l'essai D1 sec

ayant la vitesse de chargement de référence ($\dot{p} = 10^{-3} \text{ MPa/s}$) est située au dessus de celle de l'essai D2 sec à vitesse de chargement constant ($0,1\dot{p}$) à partir de la plastification. Comme indiqué sur la figure, les lignes isotach peuvent être applicables et établies pour deux essais D1 et D2 ($\dot{p} ; 0,1\dot{p}$). On peut également constater une même pente dans le domaine élastique pour ces essais. L'augmentation de la vitesse de chargement provoque donc une augmentation de la limite élastique sans modifier clairement le coefficient de compressibilité élastique. Ce résultat met en évidence l'existence d'un domaine élastique quasi non visqueux. Cela veut dire que dans le domaine élastique, la relation entre la contrainte et la déformation est unique quelle que soit la vitesse de chargement. En effet, Xie, 2005 a trouvé récemment que les déformations dues au fluage pour la craie de Lixhe sont essentiellement plastiques en réalisant un essai de fluage sous une contrainte de confinement 5 MPa.

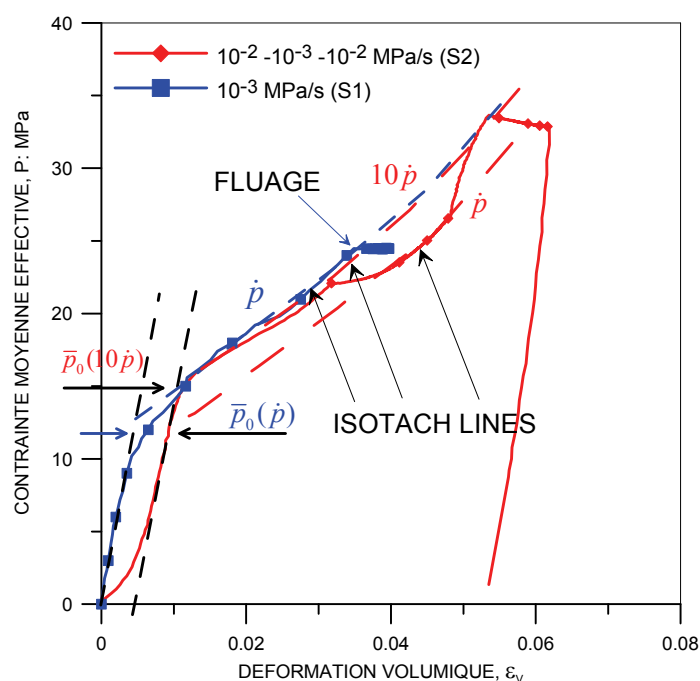


Figure 3-32: Isotach sur le comportement isotrope de la craie d'Estreux

Cette remarque est également confirmée sur la Figure 3-32, qui regroupe un essai avec un changement de vitesse de chargement au cours de l'essai et un autre essai sans modification de la vitesse de chargement. L'essai S2 à succion contrôlée (4,2 MPa) a été réalisé, à partir d'une vitesse de chargement 10 fois plus grande de celle de référence ($10\dot{p} = 10^{-2} \text{ MPa/s}$), jusqu'à la contrainte moyenne effective nette égale à 22 MPa et puis la vitesse de chargement revient à celle de référence jusqu'au confinement à 27 MPa. A l'aide de lignes isotach pour cet essai, la limite d'élasticité à vitesse de référence qui a été calculée (12,9 MPa) est bien en accord avec celle de l'essai à vitesse de référence (13,1 MPa). Une autre remarque peut être

faite sur la Figure 3-31: après la phase de fluage à 35 MPa, la courbe de l'essai D1 semble rejoindre l'origine lors de rechargement. Ces résultats sont en accord avec ceux de De Gennaro et al. (2003) et Priol (2005) observés sur la craie de Lixhe à l'aide des essais oedométrique et triaxiaux isotropes. Schroeder (2002) a observé le même comportement sur les échantillons de la craie de Mer du Nord à différentes porosités (de 33,7% à 47,3%). A partir de ces résultats, on peut conclure que le comportement isotrope dépendant du temps de la craie d'Estreux peut être interprété par Isotach.

L'approche fluage-Isotach permet l'interprétation des essais de fluage au moyen de la détermination de vitesse de chargement. Par ailleurs, il est possible d'utiliser l'approche empirique pour le fluage. La Figure 3-33 présente le fluage de l'essai D1. Le fluage a été réalisé à la contrainte isotrope de 35 MPa, la déformation volumique a été diminuée de 0,0173 à 0,02 pendant 105 heures. Ce fluage est modélisé selon le modèle phénoménologique oedométrique (Priol, 2005, Priol et al., 2007). Ainsi, à niveau de normalisation de charge valant 1,52, la valeur du paramètre de diffusion de déformation α est égale à 0,0018. Cette valeur est approximative à celle de l'oedomètre, ce qui pourrait être expliqué par la forte pression de fluage empêchant la déformation latérale dans l'espace triaxial.

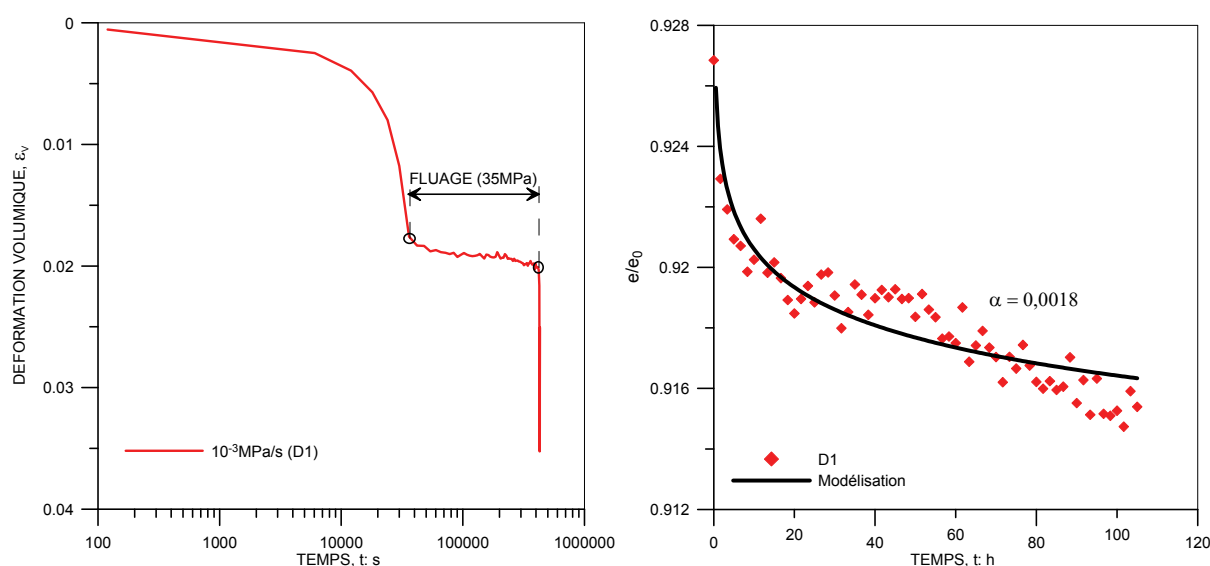


Figure 3-33 : Fluage triaxial d'un essai sec à 35 MPa

3.3.5.2 Essai déviatorique

A l'instar des essais isotropes, nous pouvons constater que la plastification ou la variation de « pore collapse » est fonction de la vitesse de chargement, plus celle-ci est élevée, plus l'autre est grande. Pour vérifier cette constatation, des essais à variation de vitesse de chargement à

faibles et forts confinements ont été effectués. Il est important de noter que le changement de vitesse de déformation axiale est réalisé dans la seconde phase pour l'essai déviatorique, la vitesse de chargement reste toujours constante ($\dot{p} = 10^{-3} \text{ MPa/s}$) dans la première phase.

A faible confinement, un essai sec à vitesse de déformation axiale $10 \mu\text{m/min}$ a été réalisé. La Figure 3-34 regroupe deux essais réalisés au même faible confinement ($0,5 \text{ MPa}$) à vitesses de chargement $1 \mu\text{m/min}$ et $10 \mu\text{m/min}$. Comme indiqué sur cette figure, deux comportements fragiles ont été observés. La limite de rupture de l'essai à vitesse de chargement $1 \mu\text{m/min}$ (7 MPa) est plus petite que celle à $10 \mu\text{m/min}$ ($10,5 \text{ MPa}$). Par ailleurs, nous observons une petite différence entre la pente des deux courbes sur le plan déviateur et déformation axiale. De ce fait, le module de cisaillement semble dépendre de la vitesse de chargement.

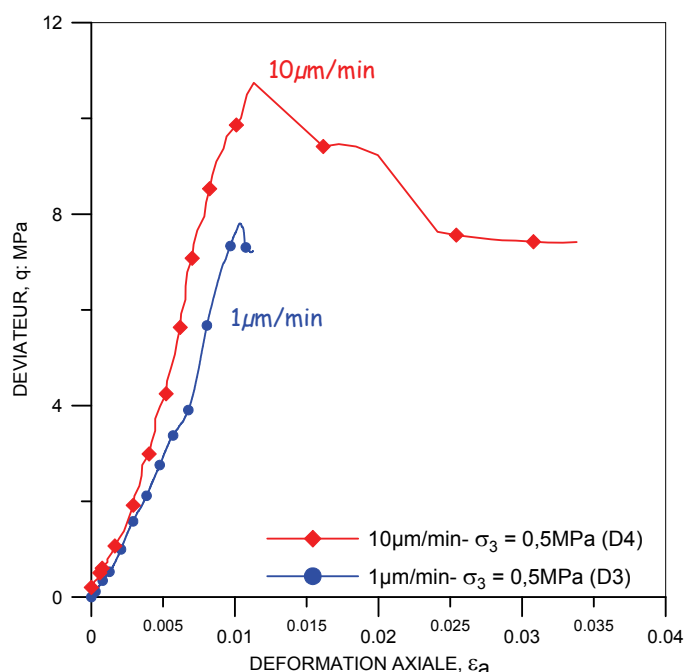


Figure 3-34: Essai triaxiaux aux faibles confinements à différentes vitesses de déformation

Pour les essais triaxiaux à forts confinements, deux essais saturés W7 et W6 et deux essais secs D7 et D8 ont été réalisés avec une variation de vitesses de chargement (Figure 3-35). L'essai saturé W7 a été cisailé avec le chemin de changement de la vitesse de déformation: $1 \mu\text{m/min} - 0,1 \mu\text{m/min} - 10 \mu\text{m/min}$. L'essai saturé W6 a été réalisé en ajoutant la relaxation (R) à la fin de l'étape de vitesse de déformation égale à $0,1 \mu\text{m/min}$ et la remise de la vitesse de référence jusqu'à la fin de l'essai: $1 \mu\text{m/min} - 0,1 \mu\text{m/min} - \text{R} - 1 \mu\text{m/min} - 1 \mu\text{m/min}$. Par contre, l'essai sec D8 a été effectué avec une vitesse 10 fois plus grande à celle de référence ($10 \mu\text{m/min}$) après la plastification à partir de la déformation axiale égale à 0,026: $1 \mu\text{m/min} -$

10 $\mu\text{m}/\text{min}$ - F. Une seule diminution de vitesse de déformation a été faite dans l'essai sec D7 : 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ - 0,1 $\mu\text{m}/\text{min}$.

Comme l'indique la Figure 3-35, lorsqu'on change la vitesse de déformation, on observe normalement un « overshooting » pour l'augmentation et un « undershooting » pour la diminution pour l'ensemble des quatre essais. Cette observation est due à la mobilisation du développement d'une raideur supérieure ou inférieure au moment de variation de vitesse de déformation. Cette observation a été aussi faite pour les argiles (Tatsuoka et al., 2000, Augustesen et al., 2004, Tatsuoka, 2007) et la craie de Lixhe (De Gennaro et al., 2003, Priol, 2005). Les sauts différents du déviateur pour les essais saturés et secs montrent l'effet visqueux dû à la présence d'eau.

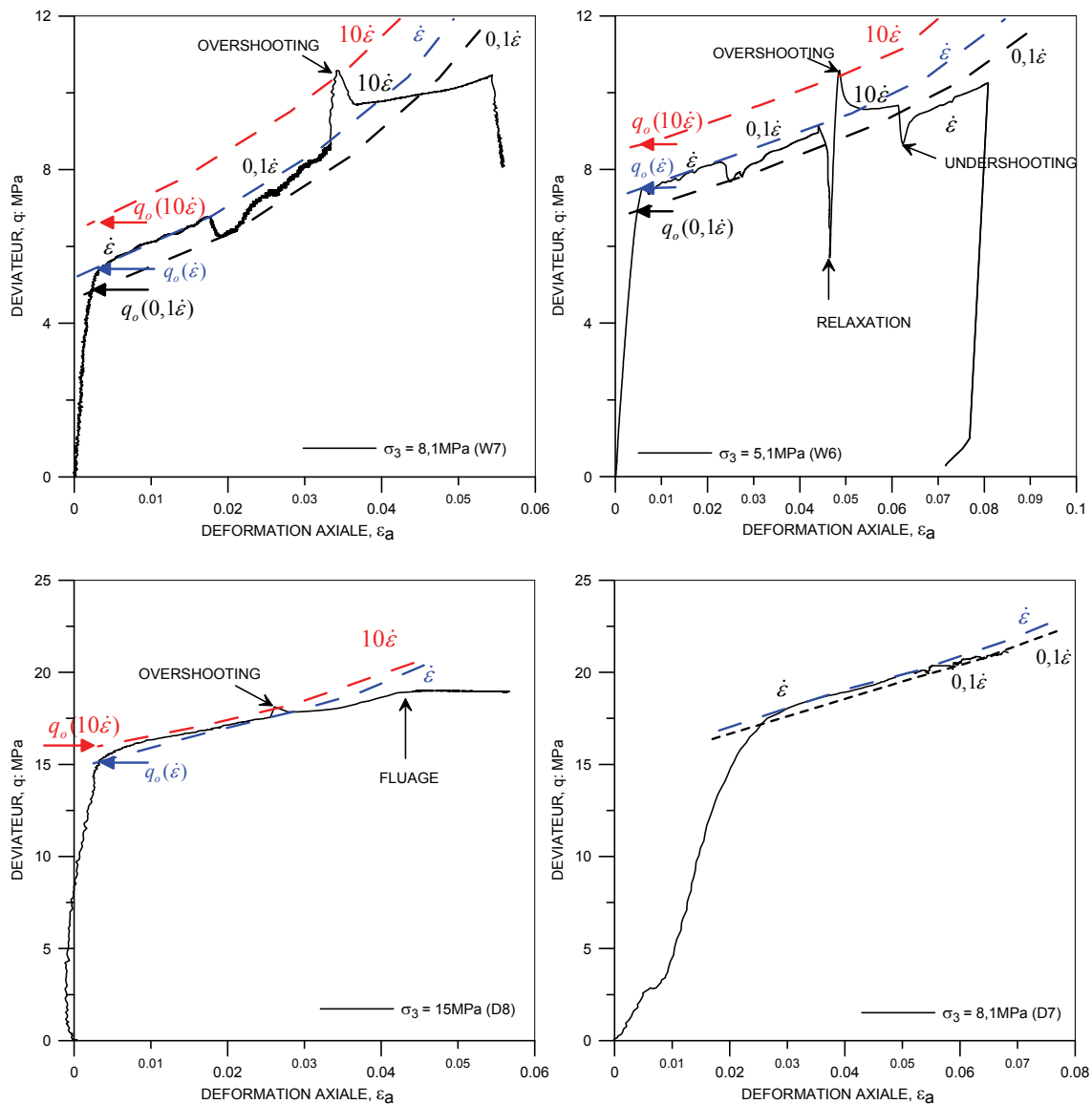


Figure 3-35: Essai triaxiaux aux forts confinements à différentes vitesses de déformation

Il est intéressant de noter que pour les deux essais saturés W7 et W6, lorsqu'on baisse la vitesse de déformation axiale à $0,1\mu\text{m}/\text{min}$, la courbe suit encore la ligne « rate-line » jusqu'à la déformation axiale ε_a égale à 0,022 à partir de laquelle, elle ne la suit plus. Quant aux deux essais secs, le changement de vitesse de déformation est effectué lorsque la déformation axiale est assez grande (0,026 pour D8 et 0.05 pour D7). On a encore observé un « overshooting » au cours de l'essai D8 pendant l'augmentation de la vitesse de déformation et une fluctuation de la courbe de l'essai D7 après la diminution de la vitesse de chargement. Il semble qu'après un overshooting ou undershooting, l'évolution du déviateur en fonction de la déformation axiale ne suit pas l'évolution de ligne rate-line d'Isotach lorsque la déformation axiale est supérieure à 0,022. Cette remarque peut être expliquée par l'écrouissage positif de la craie. Cet écrouissage provoque simultanément la déformation plastique qui se superpose à celle de l'Isotach. La déstructuration due à la forte porosité de la craie sous un grand déviateur, l'apparition de microfissures au sein de l'échantillon et le comportement visqueux de la craie au cisaillement à grande déformation peuvent –ils être l'origine de cet effet ?

3.3.5.3 Surface de charge

L'influence de la vitesse de chargement sur le plan déviateur et contrainte moyenne nette est présentée sur la Figure 3-36. Les limites élastiques sont tirées à partir des essais à variation de la vitesse de chargement en supposant la ligne « rate-line » passant l'extrémité d'overshooting (undershooting). Nous observons qu'au même niveau de succion, la vitesse de chargement provoque une extension du domaine élastique. La forme de la surface de charge semble ne pas être modifiée, le cap de « pore collapse » est simplement agrandi de façon homothétique. Le manque de données sur la partie du mécanisme en cisaillement ne permet pas une conclusion satisfaisante de l'effet de la vitesse de chargement sur celle-ci.

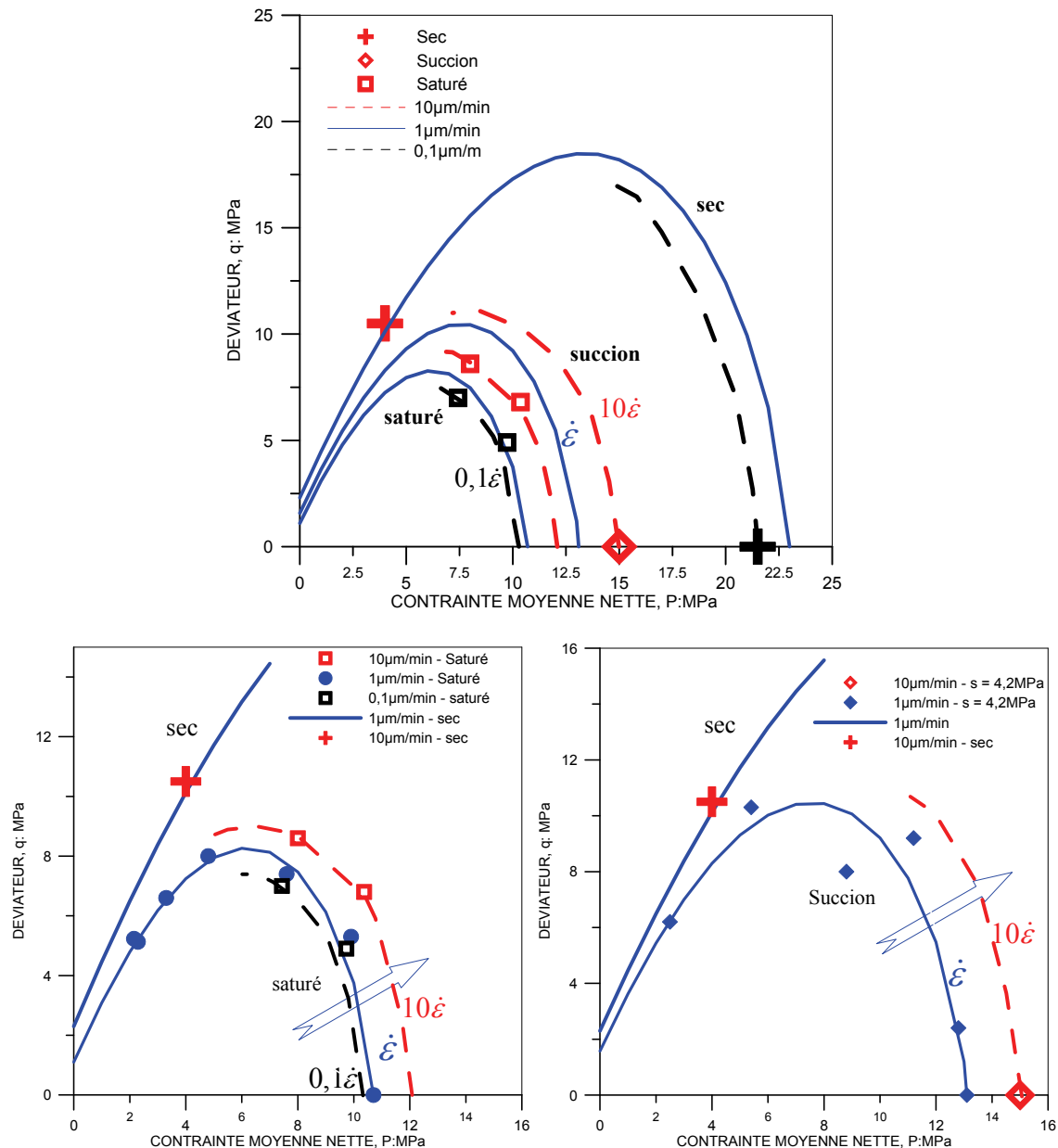


Figure 3-36: Surface de charge à différentes vitesses de charge

3.3.5.4 Discussion

Le comportement à long terme de la craie à différentes succions a été identifié expérimentalement. L'essai de fluage et de la vitesse de chargement variable ont montré un comportement visqueux de la craie d'Estreux. L'augmentation de la vitesse de chargement écroute la craie et provoque une extension de la limite élastique.

Des travaux de Dahou (1995), Schroeder (2002), De Gennaro et al. (2003, 2004), Priol (2005), Xie (2005) sur différentes craies ont aussi montré une dépendance du comportement visqueux à la vitesse de chargement. Tous les résultats montrent que l'augmentation de la

vitesse de chargement engendre une expansion de la limite élastique. A partir des résultats de l'essai oedométrique sur plusieurs vitesses de chargement (1 $\mu\text{m}/\text{min}$, 5 $\mu\text{m}/\text{min}$, 10 $\mu\text{m}/\text{min}$ et 50 $\mu\text{m}/\text{min}$), Priol (2005) a montré une bonne reproduction des effets de la vitesse sur la limite élastique de la craie de Lixhe par une relation unique entre la contrainte effective, la déformation et la vitesse de déformation proposée par Leroueil et al. (1985) sur l'argile. Cette relation est associée au modèle rhéologique « isotach » proposé à l'origine par Suklje (1957).

$$\log(\sigma'_p) = A + \frac{1}{m} \log(\dot{\epsilon}_1) \quad (3.8)$$

La relation entre la limite élastique est définie par une fonction logarithmique de la vitesse de chargement. Selon les calculs de Priol (2005), le paramètre m est une fonction de la configuration hydrique et elle a varié de 9,25 à 22,2. Sur la craie de Lixhe saturée en Soltrol, Schroeder (2002) a trouvé une même relation logarithmique entre le pore collapse et la vitesse de chargement comme suit:

$$\bar{p}_0 = 2,1109 \ln(\dot{p}) + 12,723 \quad (3.9)$$

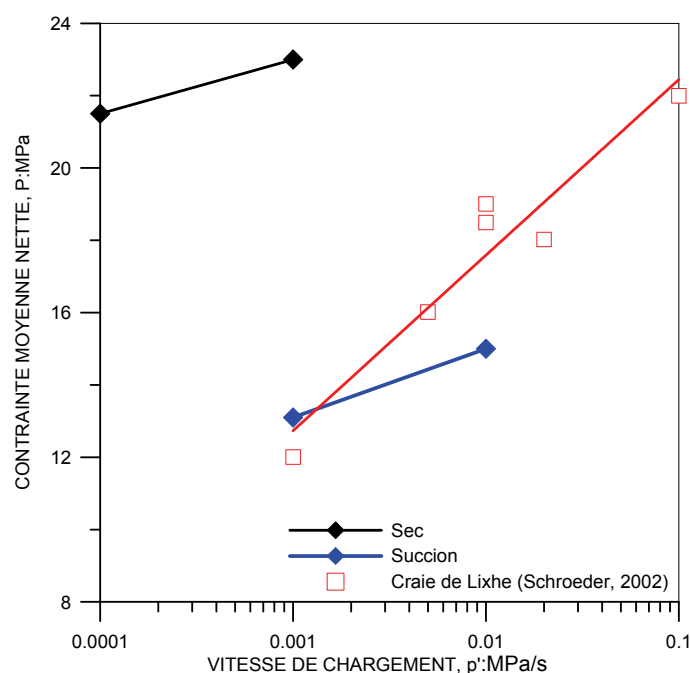


Figure 3-37: Relation entre la limite élastique et la vitesse de chargement de l'essai isotrope

L'effet de la vitesse de chargement sur la limite élastique de la craie d'Estreux est présenté sur la Figure 3-37 pour la suction 4,2 MPa et sec. La diminution de la vitesse de chargement provoque une diminution de la limite élastique de la craie à niveau de suction 4,2 MPa et à l'état sec. Ces résultats sont conformes à ceux de la littérature. Une tendance moins marquée par rapport à la craie de Lixhe saturée en Soltrol a été observée pour la craie d'Estreux (0,285

contre 2,1109). Cette remarque peut s'expliquer par la forte porosité de Lixhe (42 %) contre 37 % pour la craie d'Estreux et par la présence de la glauconie dans la craie d'Estreux. Cela pourrait avoir une tendance à fixer les particules et par conséquent, provoquer un mécanisme opposé à celui de l'effet visqueux.

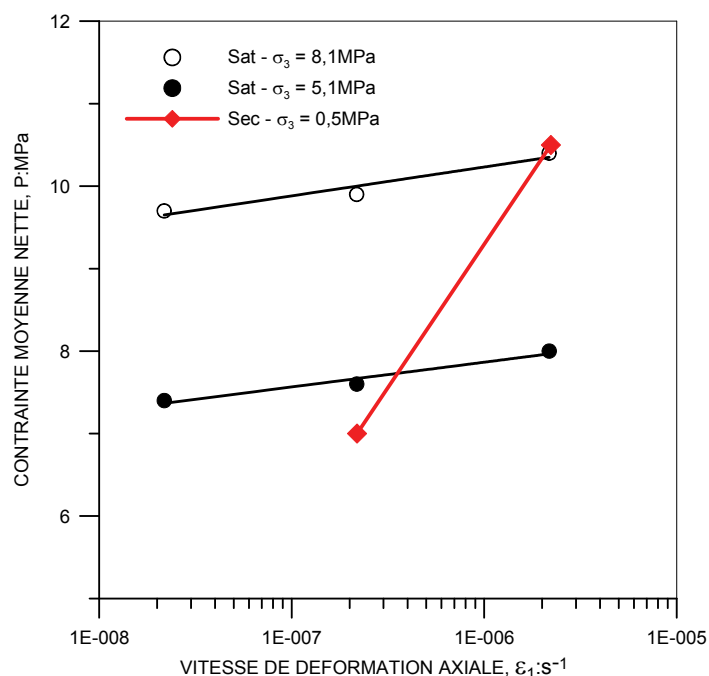


Figure 3-38: Relation entre la limite élastique et la vitesse de chargement de l'essai déviatorique

La Figure 3-38 résume l'influence de la vitesse de chargement sur la limite élastique des essais déviatoriques. La même tendance (0,174 et 0,13) de deux courbes de deux essais saturés à différents confinements (5,1 MPa et 8,1 MPa) observée sur la Figure 3-38 montre que l'effet de la vitesse de chargement est identique au comportement isotrope de la craie. La pente pour l'essai sec au confinement 0,5 MPa est de 1,51.

L'Isotach a été observé à partir des résultats de l'essai isotrope S2 à variation de la vitesse de chargement. Lorsqu'on charge la vitesse de chargement, la courbe contrainte -déformation saute sur la ligne « rate-line ». Par contre, les résultats des essais déviatoriques ont montré que quand la déformation est grande, la courbe contrainte -déformation ne rejoint plus la ligne « rate-line ». Tatsuoka et al. (2002) a aussi observé ce phénomène sur l'argile de Fujinomori. En fait, ce phénomène est lié à la déstructuration du matériau, l'écrasement de particules. Lorsque la déformation dépasse une limite, la déstructuration et l'écrasement provoque une déformation qui s'additionne à celle de l'effet visqueux.

La Figure 3-36 montre que le cap de surface de charge est simplement agrandi sans modification de la forme à trois niveaux de vitesse de chargement. La forme de la surface de charge, due à l'effet de la vitesse de chargement, n'est pas modifiée. Cette observation est en accord avec l'étude de l'effet de la vitesse de chargement sur la craie de Lixhe du comportement multiphasique de Priol (2005).

3.3.6 Conclusions

Dans ce travail, plusieurs essais ont été réalisés dans la cellule triaxiale haute pression à succion contrôlée sur des échantillons de la craie d'Estreux.

Nous avons premièrement retrouvé l'effondrement de pore (pore collapse) qui se produit dans la craie dû au chargement mécanique. Un mécanisme de cet effondrement a été observé, il est conforme à d'autres craies comme celles de Lezenne ou de Lixhe.

Deuxièmement, l'effet de la succion sur le comportement de la craie à partir de trois niveaux de succion (sec, $s = 4,2$ MPa et saturé) a été étudié. L'augmentation de la succion accroît le domaine élastique, un écrouissage positif hydrique dû à la succion. Cependant, aucune relation entre les paramètres de compressibilité n'a été trouvée.

Troisièmement, deux types de comportement dus à la contrainte de confinement ont été observés. Soumis à une faible contrainte de confinement, le comportement est fragile, par contre, il est ductile à un fort confinement.

Quatrièmement, le comportement visqueux de la craie a été étudié principalement par une campagne d'essai à différentes vitesses de chargement. Comme la succion, l'effet de la vitesse de chargement provoque une expansion du domaine élastique avec l'augmentation de la vitesse. Un écrouissage quasi homothétique de la surface de charge est observé au niveau de la succion et de la vitesse de chargement. Les résultats montrent que l'isotach a été observé au cours de l'essai isotrope ainsi que déviatorique pour de faible déformation. Si la déformation de l'échantillon est grande, le TESRA se produit en raison de la déstructuration au sein de l'échantillon au grand cisaillement.

En conclusion, le comportement hydromécanique à court et à long terme de la craie d'Estreux a été étudié au moyen des essais triaxiaux à succion contrôlée, à différentes vitesses de chargement. Grâce à l'extension homothétique de la surface de charge due à la succion et à

l'effet de la vitesse, l'ensemble de ces phénomènes nous guide dans nos choix de modélisation. Ces phénomènes font l'objet d'une comparaison à l'échelle microscopique.

Chapitre 4 : Comportement visco-hydro-mécanique: étude expérimentale microscopique

Table de matière

4.1	Introduction	126
4.2	MEBE	126
4.2.1	Généralité	126
4.2.2	Principe du MEBE	128
4.2.3	Platine de refroidissement ou platine Peltier	130
4.2.4	Cellule de compression/traction uniaxiale – Microtest	131
4.3	Observations d'échantillon soumis à sollicitations hydriques	132
4.3.1	Protocole	135
4.3.2	Résultats et discussions	137
4.4	Essai compression simple dans le MEBE	156
4.4.1	Préparation de l'échantillon	156
4.4.2	Résultats et discussion	157
4.5	Développement d'un système pour le contrôle de la succion dans le MEBE	162
4.5.1	Développement d'un système de contrôle de la température	162
4.5.2	Résultats et discussions	164
4.6	Conclusions	169

4.1 Introduction

Afin de compléter la compréhension du comportement hydromécanique de la craie, une étude expérimentale à l'échelle microscopique a été réalisée au moyen du microscope électronique à balayage environnemental (MEBE, ou en anglais: ESEM: Electron Scanning Environmental Microscope) dont l'INERIS est équipé. Grâce à cet appareil, il est possible d'observer et d'analyser la microstructure des échantillons dans leur état naturel, au chargement hydrique à hygrométrie contrôlée (conditions de température et de pression contrôlées) et ainsi qu'au chargement mécanique (Knut & Jennings-Hamlin, 1996, Combes et al., 1998, Thiel & Donald, 1998, Donald et al., 2000, Stokes & Donald, 2000, Ebert et al., 2002, Montes-H, 2002, Hu et al., 2005, Montes-H, 2005,). Cependant, le nombre des études sur ces aspects reste encore très limité et en particulier dans le domaine des géomatériaux. Ce chapitre a donc pour but de présenter une série d'essais expérimentaux à l'échelle microscopique effectuée sur la craie d'Estreux. La première partie est consacrée à l'établissement d'un protocole pour réaliser des observations au MEBE dans le but d'approfondir les connaissances des mécanismes liés au comportement différé de la craie dans son environnement souterrain. Ces observations ont permis de mettre en évidence les changements morphologiques et minéralogiques induits dans la craie, lors des cycles hydratation/ déshydratation. En appliquant la technique de stéréophotogrammétrie, ces changements sont quantifiés à l'aide du logiciel MEX4.1. Ensuite, on a réalisé des essais de chargement des échantillons directement dans la chambre d'observation du MEBE, au moyen d'une cellule de compression/ traction Microtest. Finalement, un système de contrôle de la température dans la chambre du MEBE a été conçu. Ce système a permis de réaliser des essais à succion contrôlée dans le MEBE.

4.2 MEBE

4.2.1 Généralité

Le MEBE est une innovation à partir des années 90 dans le domaine des microscopes à balayage spécifiquement conçu pour étudier et observer à l'échelle microscopique. L'histoire simplifiée des microscopies qui comprend le MEBE, est présentée dans la Figure 4-1.

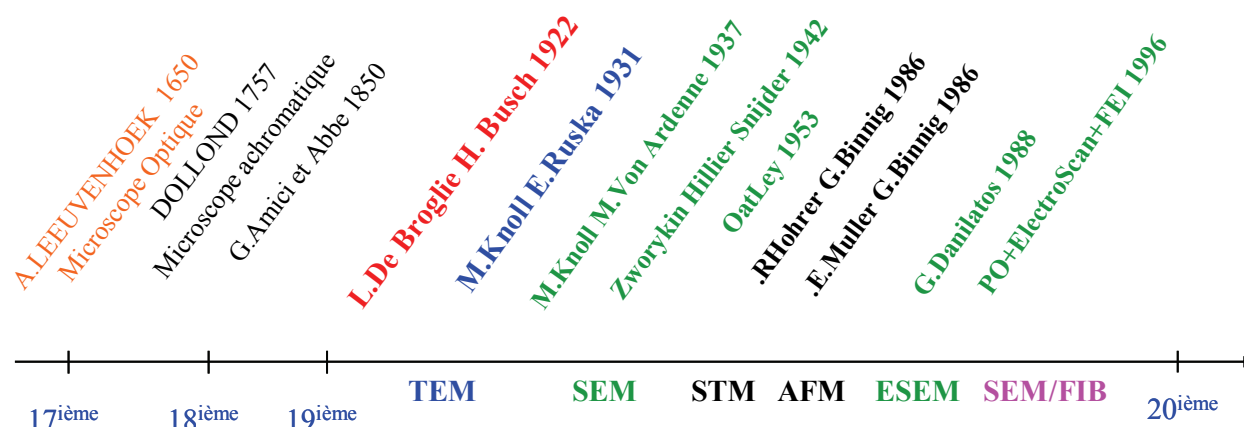


Figure 4-1: Histoire simplifiée des microscopes

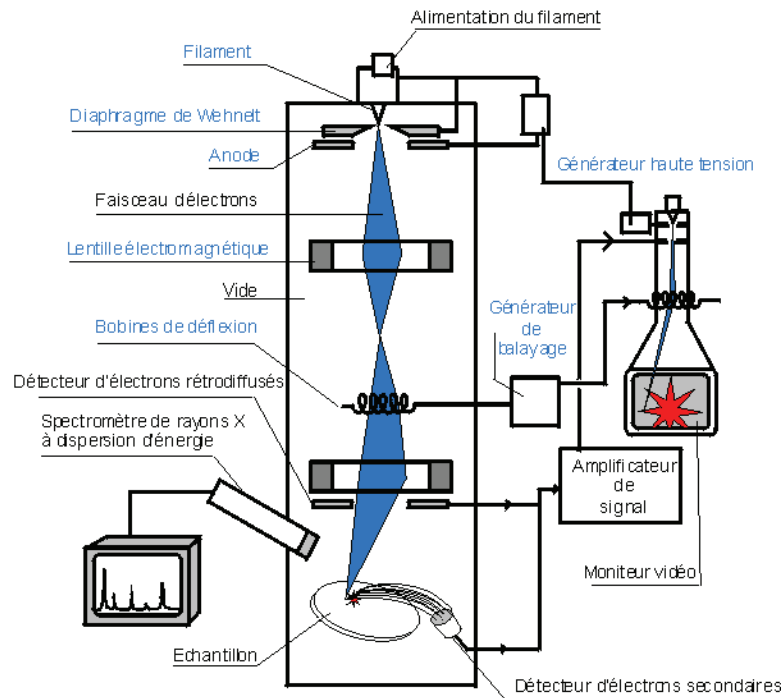
Le MEBE est une évolution du microscope électronique à balayage (MEB) permettant des travaux dans des conditions environnementales contrôlées, n'exigeant aucun enduit conducteur sur l'échantillon. Ceci permet d'examiner des échantillons dans leur état naturel ou même contrôlé. L'échantillon est aussi moins perturbée pendant la préparation par rapport à un MEB classique; cette technique permet d'obtenir des données précieuses dans plusieurs domaines comme la biologie (Thiel & Donal, 1998, Stokes & Donal, 2000), la chimie, la physique (Donald et al., 2000),... De plus, l'environnement dans un MEBE peut être choisi parmi la vapeur d'eau, l'air, le N₂, l'AR, l'O₂, etc.

Il est important de noter que plusieurs dispositifs peuvent être installés dans le MEBE comme une platine chauffante, une platine Peltier ou de refroidissement, un analyseur de rayon X, un micro-injecteur et micromanipulateur, une cellule de compression/traction simple Microtest, etc. et pour de nombreuses applications. La caractérisation dynamique du mouillage, séchage, absorption, fonte, corrosion, et cristallisation peut être exécutée en utilisant un MEBE (Combes et al., 1998, Thiel & Donal, 1998, Stokes & Donal, 2000, Montes-H, 2002, Wei et al., 2006). Même si l'utilisation du MEBE pour la caractérisation microstructurale, chimique (minéralogie) et micromécanique des matériaux ait été faite dès sa naissance, les applications aux géomatériaux restent encore rares.

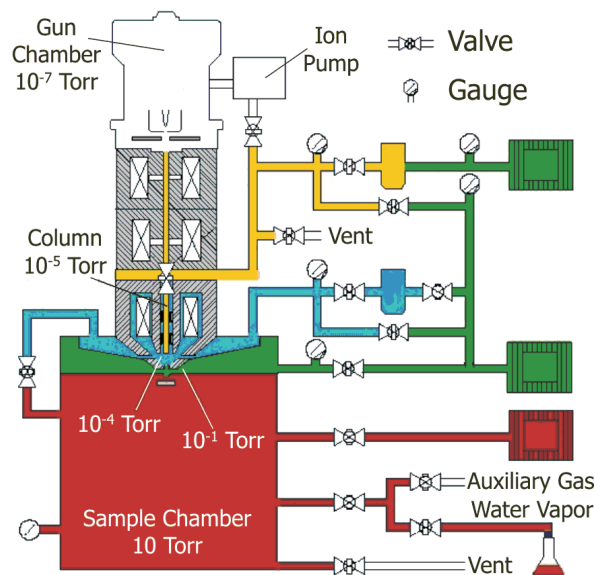
Dans ce travail, le MEBE est équipé d'une platine Peltier et d'une cellule Microtest afin de caractériser le comportement visco-hydro-mécanique de la craie.

4.2.2 Principe du MEBE

Le principe de fonctionnement du MEBE est identique de celui du MEB. Il se base sur un faisceau très fin d'électron, monocinétique balayant la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur.



(a)



(b)

Figure 4-2: Schéma de principe simplifié du (a) MEB, (b) MEBE

Celui-ci permet d'obtenir un signal à partir des électrons secondaires (arrachés à une faible profondeur) ou rétrodiffusés (arrachés à une grande profondeur) émis par l'échantillon (Figure 4-2).

Possédant un système de pompage différentiel séparant la chambre (0.1-20 Torr) et la colonne (10^{-5} Torr), le MEBE peut fonctionner en trois modes de vides différents : (a) mode classique high vacuum (HiVac, avec la pression autour de $7,5 \cdot 10^{-7}$ Torr = 10^{-7} kPa), (b) mode low vacuum (LowVac, avec la pression autour d'un Torr = 133 Pa) et (c) mode environnemental (ESEM, avec la pression varie entre 0,1-50 Torr (13 – 6650 Pa). Grâce au mode ESEM, les effets des charges électroniques sur la surface des échantillons observés ont été éliminés. Cela a permis d'observer les échantillons sans aucune préparation spécifique (métallisations à l'or ou au carbone) et ainsi de préserver leur nature initiale (structure, teneur en eau, ...). La Figure 4-3 présente le schéma du principe de fonctionnement du mode environnement équipé d'un détecteur d'électrons secondaires (Gaseous Secondary Electron Detector, GSED).

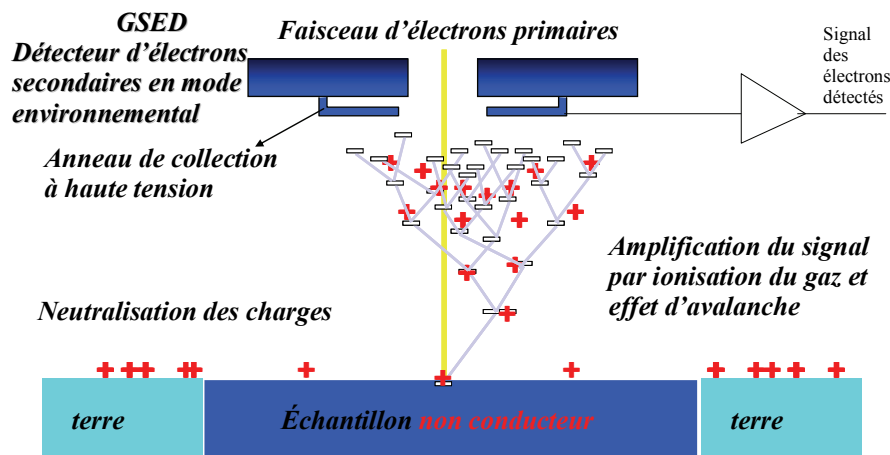


Figure 4-3: Principe du fonctionnement du mode environnemental - MEBE

Le contrôle d'hygrométrie dans la chambre se fonde sur la fonction de la pression et de la température de l'eau en se basant sur le diagramme d'état de l'eau. En fait, l'échantillon se pose sur une platine Peltier qui peut changer la température afin de condenser ou d'évaporer l'eau dans celui-ci. Alors, la température (T_{pl}) de l'échantillon analysé est imposée et contrôlée par la platine Peltier. La pression de la vapeur (P_v) dans la chambre d'observation est aussi contrôlée par le MEBE. Comme l'indique la Figure 4-4, les modifications de l'état hydrique imposé sont donc : (1) en condition isotherme (T_{pl} constante et P_v variable), (2) en isobare (P_v constante et T_{pl} variable) et (3) en adiabatique (T_{pl} et P_v variables) afin de conduire à une variation d'hygrométrie. Selon Montes-H (2002), la condition isotherme est la plus

proche de la réalité car l'on atteint plus rapidement un équilibre de la pression dans l'ensemble de la chambre du MEBE après modification de la température. En plus, la pression est présente au niveau de l'ensemble de la chambre du MEBE tandis que la température se situe au niveau de l'échantillon.

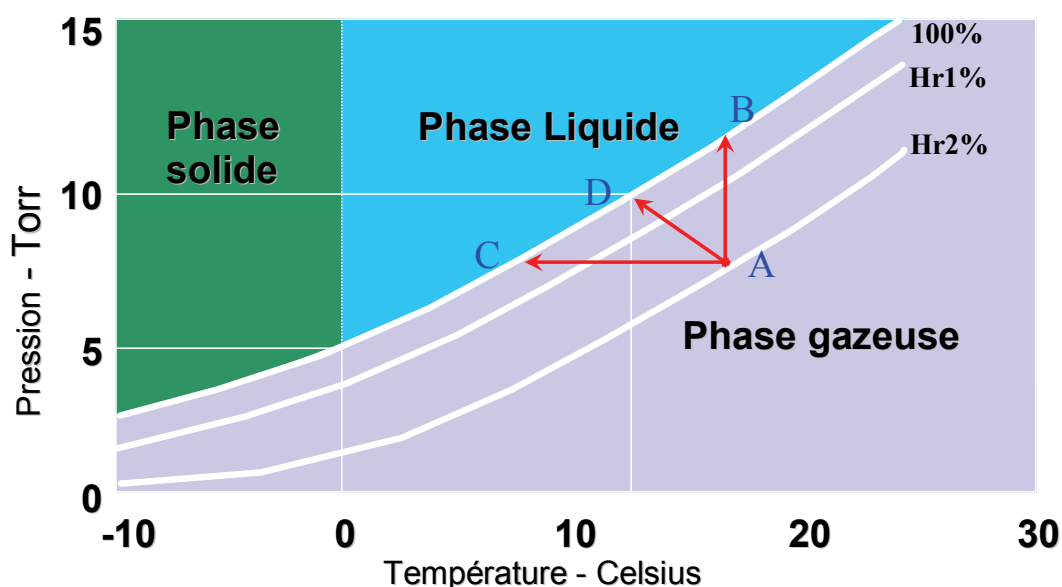


Figure 4-4: Diagramme de l'état de l'eau

4.2.3 Platine de refroidissement ou platine Peltier

La platine de refroidissement est basée sur l'effet de Peltier d'où vient le nom de platine Peltier. Elle dispose donc d'un système thermoélectrique installé sur le MEBE et d'un système adaptateur. Grâce à ce dispositif, la température est pilotée et contrôlée. L'intervalle de la température varie entre -20 °C et 60 °C. Le transfert thermique de la platine Peltier vers l'échantillon est fait par le porte-échantillon. Il existe donc une incertitude de l'efficacité de ce transfert même si le porte-échantillon est en acier. Le porte-échantillon a une forme cylindrique avec un diamètre de 9 mm et une épaisseur de 5 mm (Figure 4-5). De ce fait, la taille maximum de l'échantillon est d'environ 8 mm. Afin d'avoir une bonne imposition de la température, l'échantillon n'est pas épais. Etudiant l'argile, Montes-H (2002) a suggéré une épaisseur maximale de l'échantillon de l'ordre de 4 mm. L'échantillon est fixé sur le porte-échantillon par de la colle de carbone. L'intérêt de l'utilisation d'une telle colle est sa forte conductivité thermique.

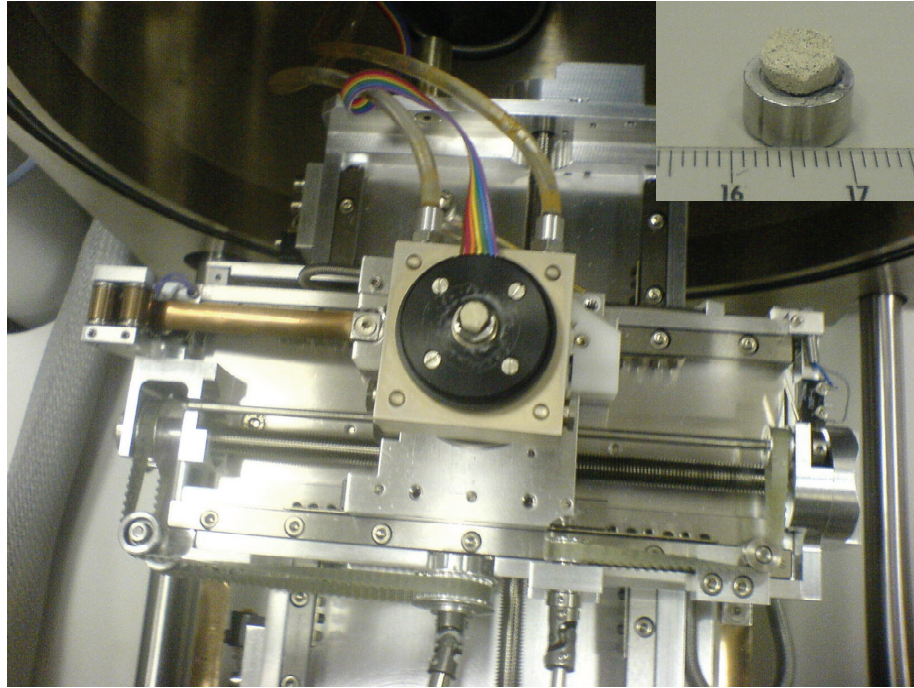


Figure 4-5: Platine Peltier dans la chambre du MEBE

4.2.4 Cellule de compression/traction uniaxiale – Microtest

Dans cette étude, la cellule de compression/traction uniaxiale ou Microtest permet notamment de réaliser des essais de compression simples (Figure 4-6). Deux capacités du capteur de force ont été choisies: 5000 N et 660 N. Notons qu'il faut extraire la platine Peltier de la chambre lorsque l'on monte la cellule Microtest. Ainsi, il n'est pas possible de réaliser des essais mécaniques avec contrôle de la température et donc de l'hygrométrie. En collaboration avec le fournisseur du MEBE et des techniciens à l'INERIS et du CERMES, un système de contrôle de la température dans la chambre du MEBE a été conçu. Ce système a donc permis de réaliser des essais à succion contrôlée dans le MEBE.

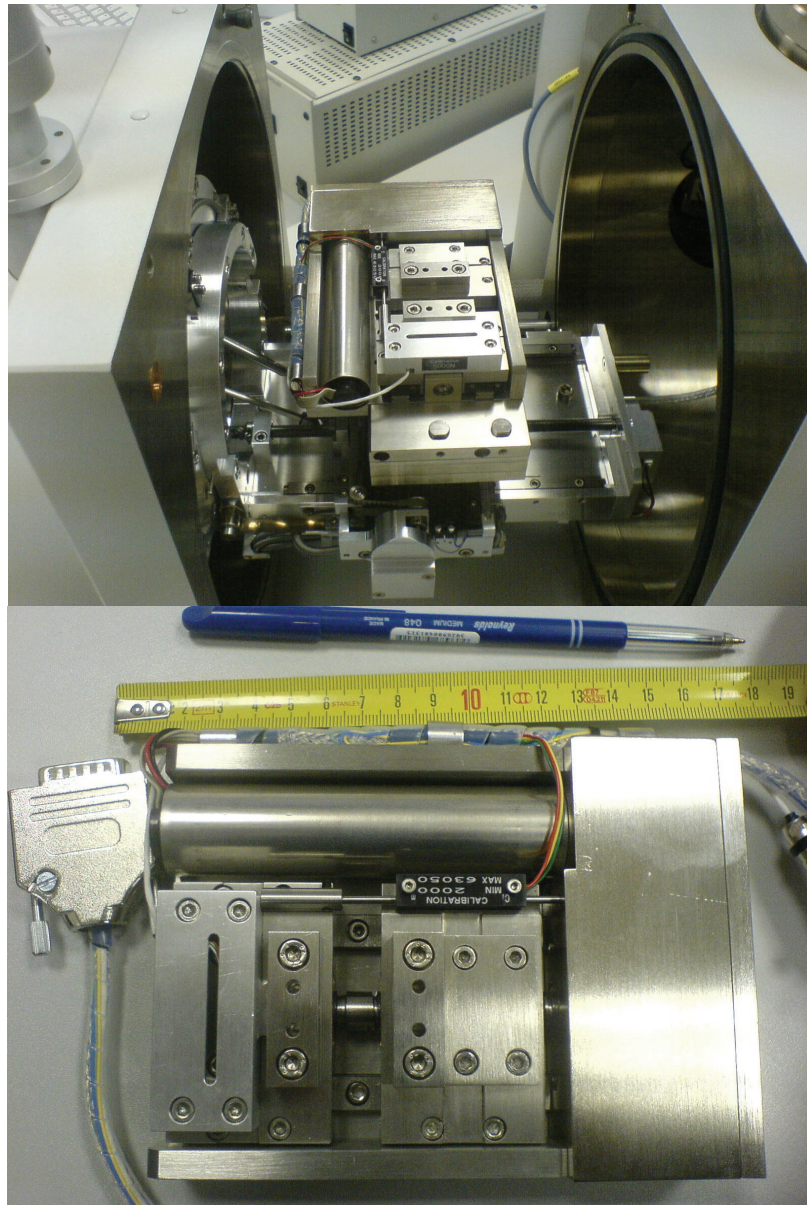


Figure 4-6: Cellule de compression/traction simple (Microtest) dans la chambre du MEBE

4.3 Observations d'échantillon soumis à sollicitations hydriques

La première expérience sur l'observation d'un échantillon soumis à deux cycles d'hydratation/déshydratation, a permis de constater que le MEBE se prêtait bien à l'observation des modifications de la structure induites par l'action de l'eau dans la craie. En effet, après avoir désaturé l'échantillon, l'ouverture d'une fissure a été observée puis la fissure s'est refermée lors de la mise en saturation. Pour comprendre l'origine de ces modifications structurales (mécaniques ou chimiques), la réalisation de cartographie aux rayons X d'éléments chimiques est utile (Sorgi & De Gennaro, 2006). Ensuite, voulant suivre

l'évolution de la structure au cours de cycles hydratation/ déshydratation, il a fallu se doter d'outils qui permettent de quantifier les changements à partir des analyses d'images. Le logiciel de reconstruction 3D de la surface de l'échantillon (MEX3D-Alicona), basé sur la méthode de stéréophotogrammétrie a été choisi pour ces analyses. La photogrammétrie est une technique couramment utilisée en cartographie et aussi une méthode de visualisation quantitative du champ de déformation d'un objet plan. La technique de cette méthode est liée à la perception du relief par l'être humain. C'est pourquoi, elle permet, à partir de deux photos d'un même objet, prise sous deux angles différents, de reconstituer la forme et les dimensions de cet objet. Elle consiste à mesurer le champ de déplacement et à en déduire les déformations par dérivation spatiale (Benaija, 1992, Msouti et al., 1997, Boivin et al., 2002). Il est possible dans un MEBE de faire tourner la platine de refroidissement porte-objet autour d'un axe d'inclinaison. La reconstruction 3D à partir d'images stéréoscopiques acquises sous deux angles d'inclinaison distincts (typiquement +/- β) est basée sur la mesure de la disparité δ (en pixels), qui est le décalage en position d'un même « point-objet » ou pixel caractéristique d'une image à l'autre. Autrement dit dans une paire stéréoscopique, chaque pixel d'une image a par définition son point homologue dans l'autre. On a trouvé une relation entre la disparité d en pixels et l'altitude d'un objet situé à la distance Z (μm) du plan P, plan normal à l'axe optique sous incidence normale passant par le centre de rotation (Figure 4-7).

$$Z = -\frac{\delta x_0}{(N_x - 1)(\sin \beta \cos \beta)} = -\frac{d}{2 \sin \beta \cos \beta} \quad (4.1)$$

où :

δ : disparité exprimée en pixels,

d : disparité en micromètre,

$2x_0$: largeur en micromètre du champ balayé selon X sous incidence normale,

N_x : nombre de pixels selon X de l'image numérique

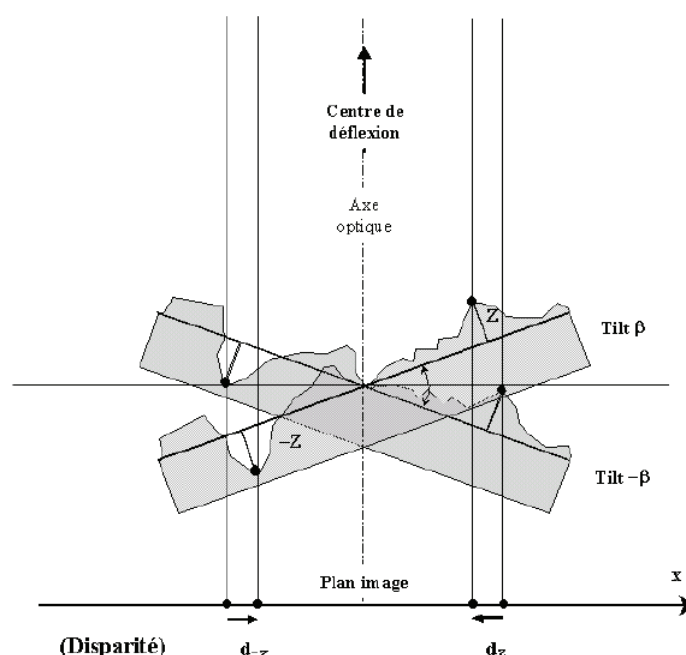


Figure 4-7: Configuration « projection parallèle » de la technique stéréophotogrammétrique (Boivin et al., 2002)

En raison de la distorsion des images dans le cas où existe une forte inclinaison (loin de la projection parallèle), en pratique, la mise en œuvre de cette technique consiste à acquérir dans le MEBE deux images électroniques à deux angles d'inclinaison distincts, choisis le plus souvent symétrique avec l'angle d'inclinaison $-\beta$ et $+\beta$ entre $\pm 5^\circ$ et $\pm 20^\circ$ (Boivin et al., 2002).

Montes-H (2002) a réalisé des travaux avec MEBE sur la sorption d'eau et le gonflement des argiles MX 80, donnant une description des procédures adoptées afin de mettre l'hygrométrie souhaitée sur un échantillon observé au MEBE. Il propose aussi un mode opératoire avec modification de la pression à une température fixe pour l'imposition des conditions d'humidité relative. La condition d'hygrométrie de la carrière d'Estreux, $HR = 85\%$ ($s = 24.9$ MPa), en relation avec la courbe de rétention sur la craie d'Estreux suggère l'utilisation d'un échantillon sec. En effet, cette condition extrême d'hygrométrie donne une valeur de succion totale très élevée que nous pouvons raisonnablement extrapoler au cas sec. D'après Montes-H, 2002, la condensation d'eau sur la bentonite MX 80 envisageant $T_{pl} = 8^\circ\text{C}$, $P = 8.6$ Torr = 1146.38 Pa est obtenue après 15 – 20 mn. Ce temps dépend de la taille et des propriétés physico-chimiques de l'échantillon. Comme le potentiel d'absorption de la fraction argileuse de la craie est certainement plus faible de celui de la bentonite, normalement il faudra plus de

temps. C'est pourquoi, lors d'une imposition de l'hygrométrie, il est souhaitable qu'un temps de stabilisation minimum de 15 minutes soit respecté.

En raison d'une visualisation optimale des images de la chambre dans le MEBE, la pression doit être inférieure à 10 Torr (1333 Pa). Cela correspond à la valeur de la température de la platine Peltier inférieure ou égale à 11°C.

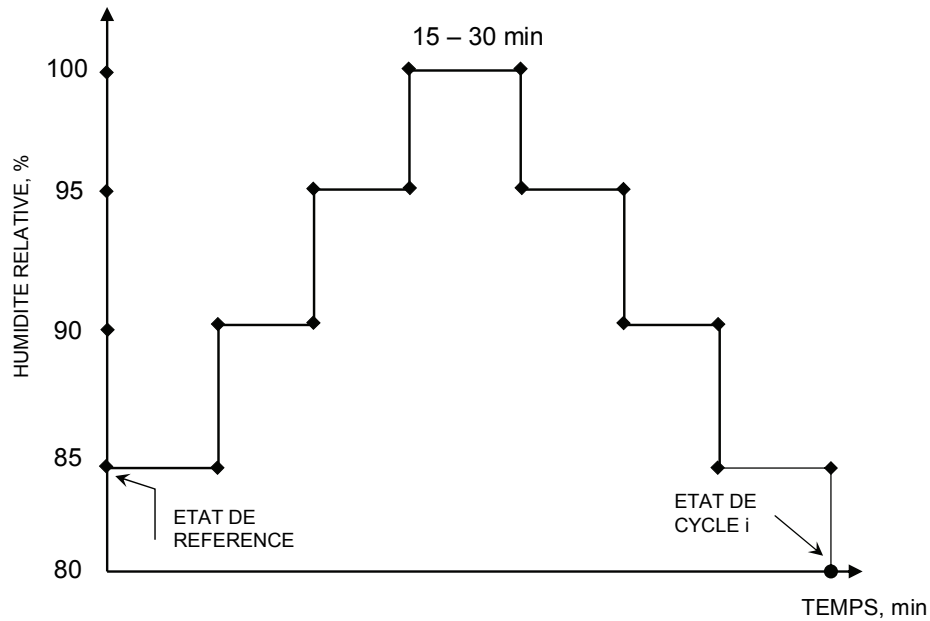
Suivant leurs objectifs, les observations ont été effectuées avec différents grossissements. Un agrandissement entre 1000 et 2000 permet d'observer des phénomènes au niveau de la matrice poreuse. Par contre, au niveau des micropores, pour l'observation des coccolites dans la craie, l'agrandissement de 15000 a été adopté.

4.3.1 Protocole

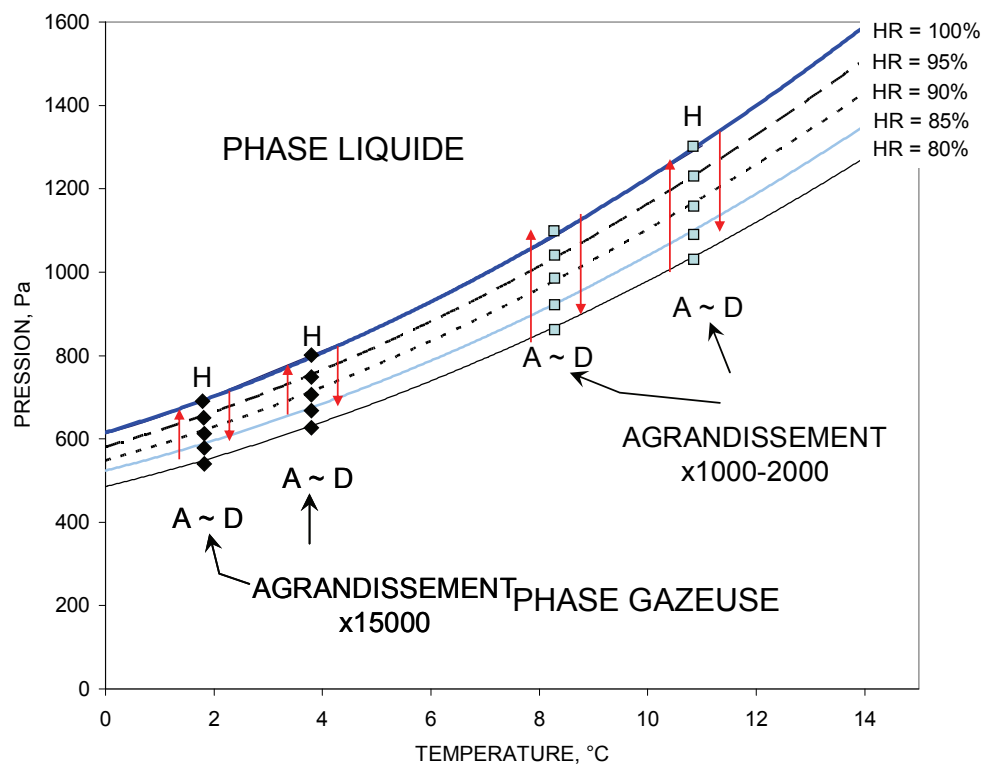
Dans cette étude, le microscope FEI Quanta 400, équipé d'une platine Peltier, a été utilisé pour la réalisation des observations de cycles hydratation/déshydratation. L'échantillon a été traité auparavant par la lyophilisation afin d'obtenir la régularité de la surface observée sans altérer la microstructure.

- Afin d'étudier les changements de l'échantillon de la craie au cours de hydratation/déshydratation, il est utile d'établir un protocole d'essais qui vise à quantifier les modifications de la structure de la surface observée, avant et après chaque cycle hydratation/déshydratation (Figure 4-8) :
- Stabilisation à l'état de référence « sec » (A): l'échantillon a été laissé 30 min. Après avoir pris deux images stéréogrammétriques avec une rotation de 2 à 5° autour du même axe x, la cartographie aux rayons X a été réalisée.
- Mise en hydratation (A – H): La mise en hydratation entre 85% et 100% a été effectuée en trois étapes (85% - 90% - 95% - 100%). La température est maintenue constante et la pression a été modifiée pour obtenir l'humidité relative correspondante. La durée de chaque étape est environ 15 min si rien ne change et 30 min après l'apparition d'eau sur la surface de l'échantillon.
- Mise en déshydratation (H – D): La même procédure est suivie en diminuant l'humidité relative en plusieurs étapes (100% - 95% - 90% - 85% - 80%).

- Stabilisation à l'état de cycle i: L'échantillon est laissé en équilibre pendant 30 min. La prise de doubles images et la cartographie aux rayons X ont été effectuées afin de quantifier les modifications après chaque cycle hydratation/déshydratation.



(a)



(b)

Figure 4-8: Protocole de l'essai d'observation au MEBE, variation de l'HR dans un cycle i (a) et variation de pression en fonction de température (b)

La réalisation d'une vidéo pendant chaque étape a été suggérée en prenant une photo toutes les 2 minutes. Chaque cycle hydratation/déshydratation fait moyennement une journée entière en raison de la durée (au moins 3 heures) de la cartographie aux rayons X.

4.3.2 Résultats et discussions

Le Tableau 4-1 présente le programme des essais d'observation réalisés dans la chambre du MEBE. Au total, cinq essais ont été effectués: deux essais à l'échelle de la matrice rocheuse de l'ordre d'une cinquantaine de micromètre et trois essais à l'échelle du micropore d'environ quelques micromètres.

Tableau 4-1: Récapitulation des essais d'observation au MEBE

Essai	Agrandissement (fois)	Température contrôlée (°C)	Nombre de cycles hydratation/déshydratation*
1	800	11	4
2	2000	8	2
3	15000	2	4
4	15000	2	3
5	15000	4	2

* : le nombre de cycles est différent pour des raisons techniques

Comme on l'a expliqué dans la procédure de l'essai d'observation au MEBE, les résultats expérimentaux sont obtenus à partir de la reconstruction 3D (la morphologie) et la cartographie aux rayons X (la physico-chimie) après chaque cycle d'hydratation/déshydratation. La vidéo permet de suivre les états intermédiaires pendant la phase d'hydratation ou de déshydratation.

La Figure 4-9 présente les zones d'observations avant chaque essai, à l'état initial. Les images montrent que la craie d'Estreux contient en majorité de coccolithes dont la taille est de quelques microns, cimentés entre eux par ponts de calcite ou par des particules argileuses. Ces dernières pourtant ont été identifiées et en très faible quantité par la cartographie aux rayons X. Grâce à cette cimentation, la craie est rendue d'une très grande friabilité, avec un

arrangement de ces coccolithes en couronne. Autrement dit, les fragments de coccolithes (calcite micritique) constituent une matrice de grain, de coccolithes intacts isolés en couronne et des pores entre eux. La présence de la glauconie d'origine marine (argile à forte proportion de Fe^{3+} et de potassium minéralogiquement proche de type illite) a été trouvée sous forme de globules. A ces composants carbonatés et à la glauconie, le quartz et les micas d'origine détritique ont été également identifiés (Figure 4-10). La taille des pores, montrée par les images des trois essais 3, 4 et 5, semble être identique et égale à $1,5\mu\text{m}$ de diamètre.

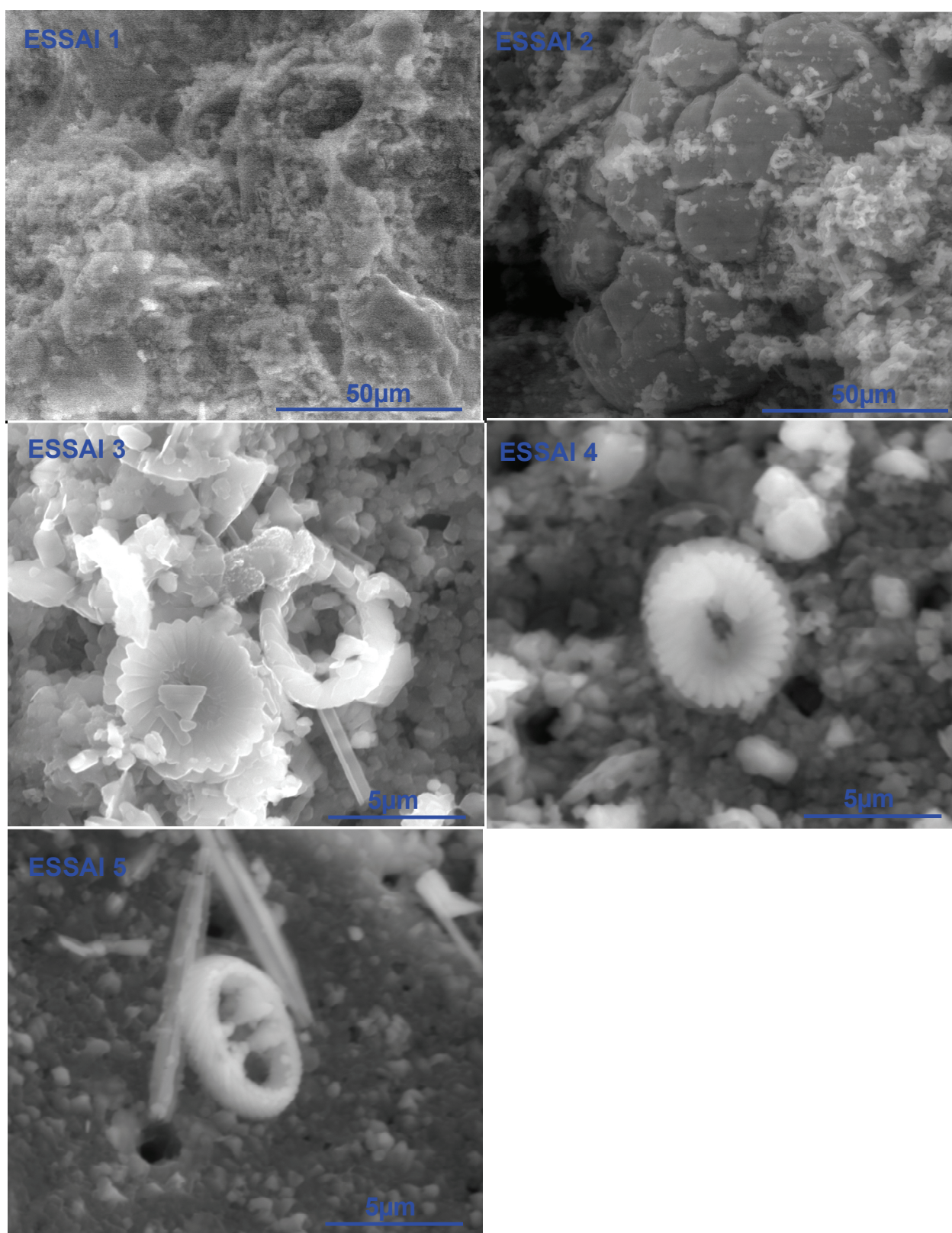


Figure 4-9: Images initiales de la craie d'Estreux des cinq essais d'observation du MEBE

Des traces d'altération par dissolutions-précipitation sont observées. La dissolution se traduit par la présence de microcavités dans la calcite précipitée en masse. Les coccolithes présentent

un aspect plus lisse et des formes émoussées. Ces phénomènes d'altération sont certainement liés au déséquilibre chimique par le fait de la circulation de l'eau interstitielle dans les massifs rocheux. Les fluctuations du niveau de la nappe phréatique pourraient être responsables de ces phénomènes d'altérations.

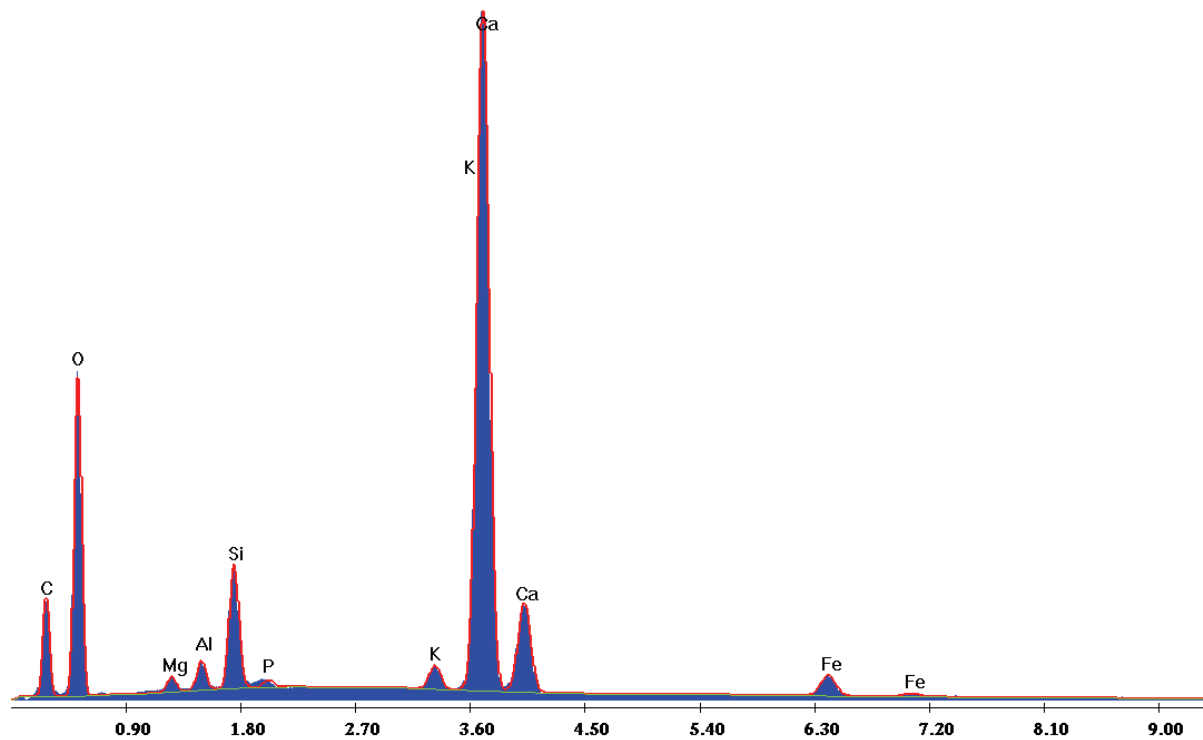
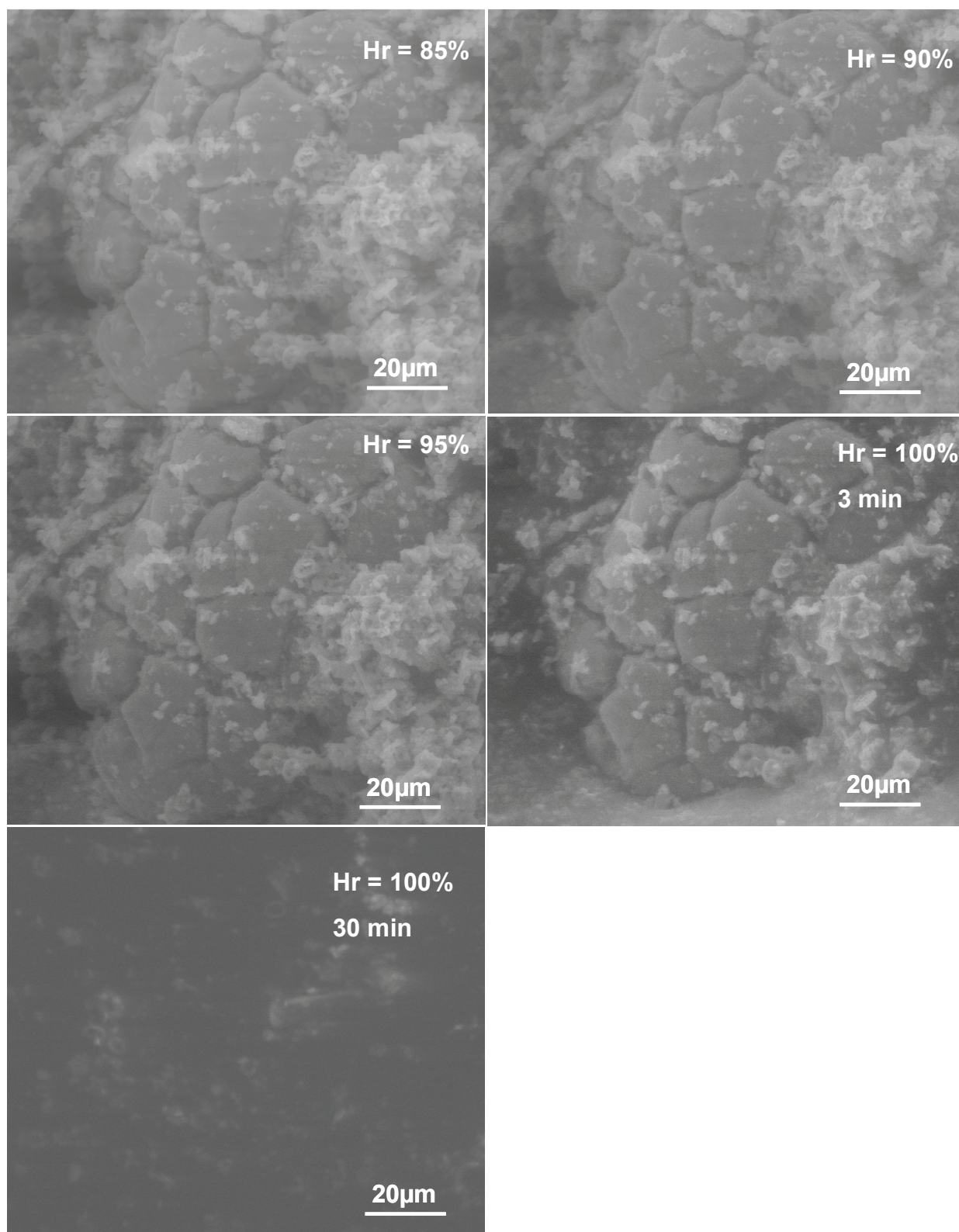
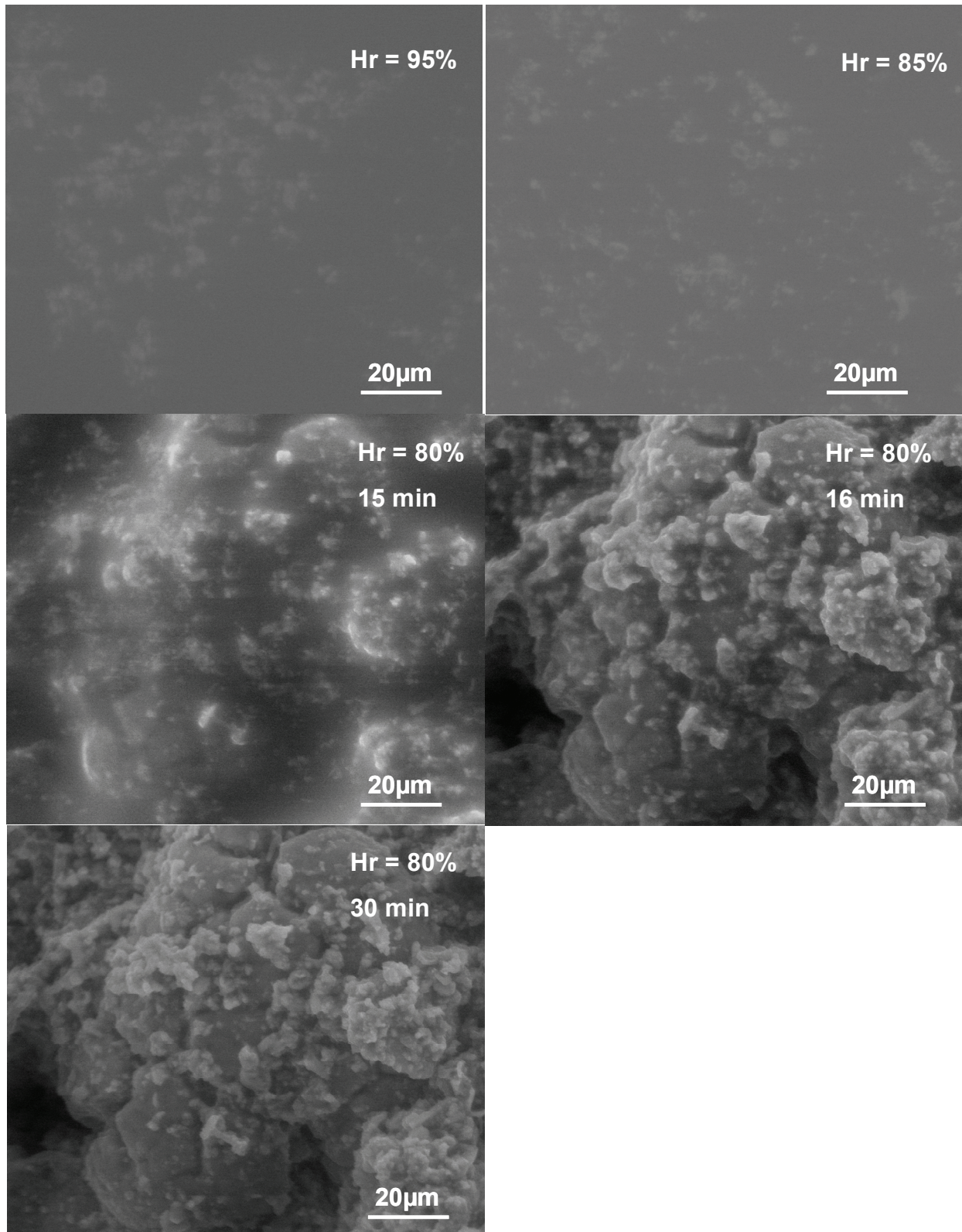


Figure 4-10 : Analyse minéralogique par diffraction X pour l'essai 2



(a)

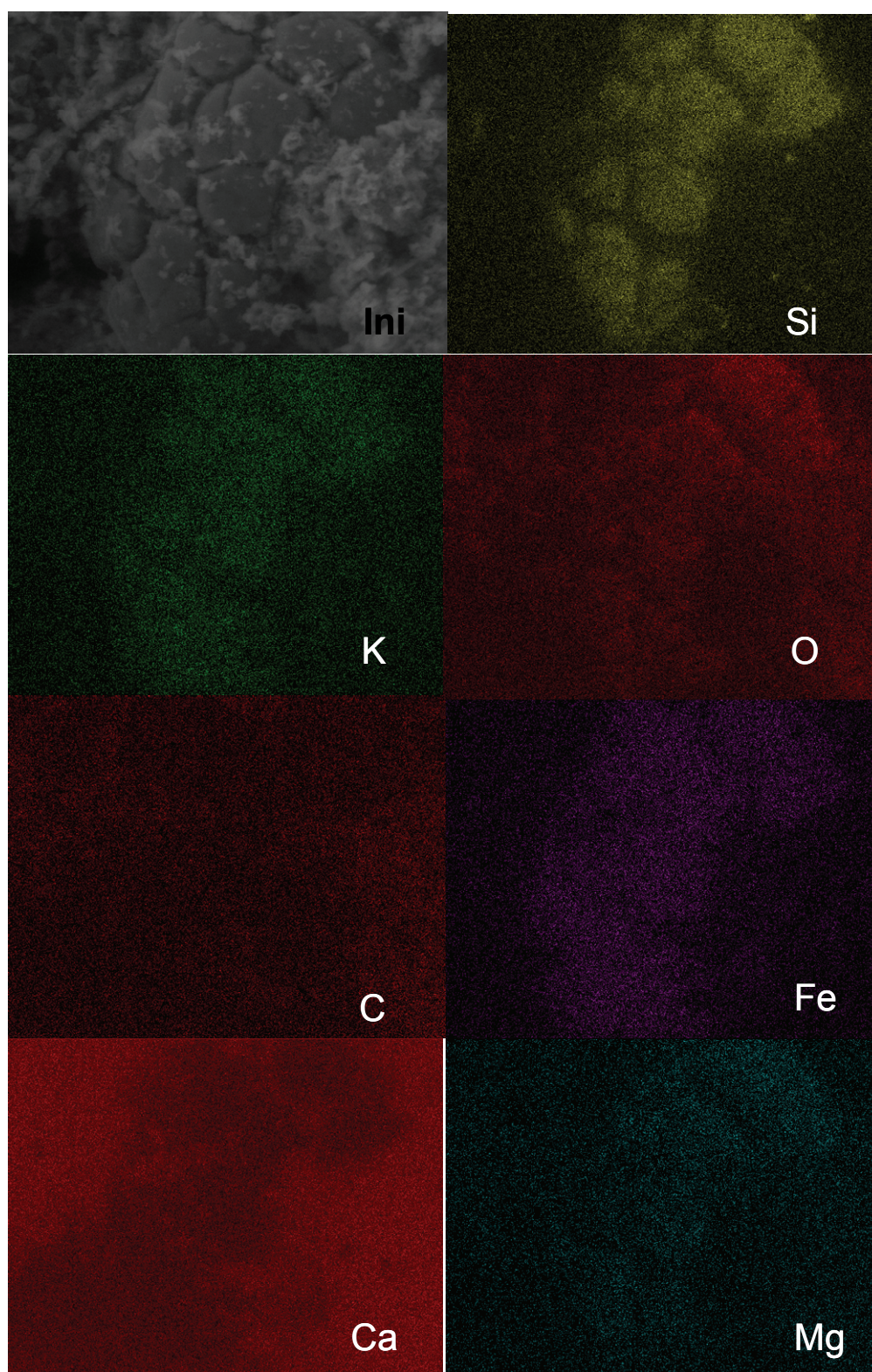


(b)

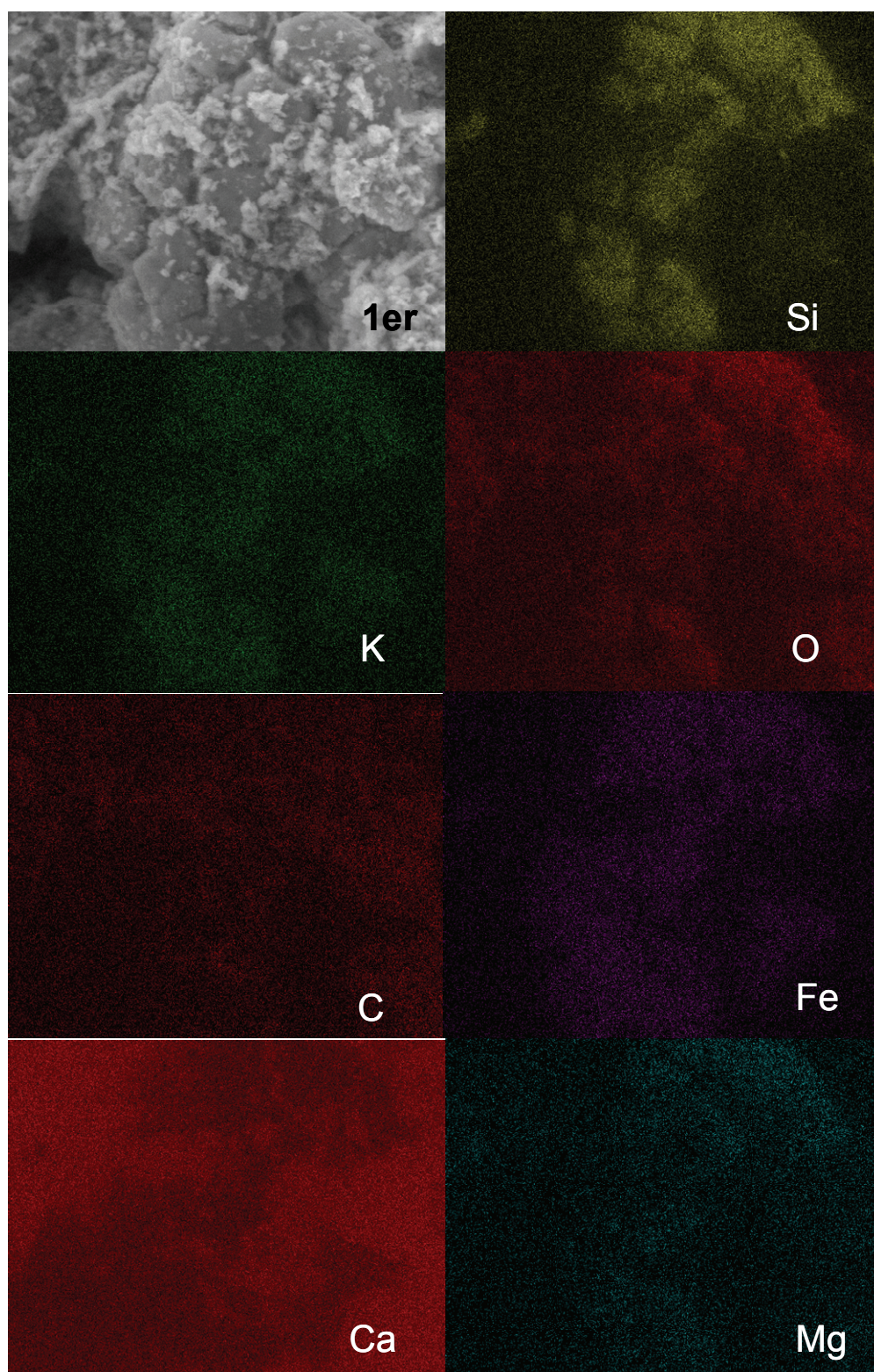
Figure 4-11: Les images d'observation de l'essai 2 pour le premier cycle (a) pendant la phase d'hydratation, (b) pendant la phase de déshydratation

Les différentes images des phases du premier cycle hydratation/déshydratation de l'essai 2 sont présentées sur la Figure 4-11. Au cours de la phase d'hydratation, aucun changement de la morphologie de la surface observée n'a été constaté pour une hygrométrie qui varie entre 85 % et 95 %. Lorsque l'on passe d'une hygrométrie de 95 % à 100 %, l'eau se condense brutalement sur la surface d'échantillon observé après trois minutes de mise en pression à 1064 Pa (HR = 100 %). Puis, après vingt minutes, l'eau est partout, l'image devient noire. Cette observation présente une bonne concordance avec le chemin de l'imbibition de la courbe de rétention de la craie d'Estreux au niveau de l'échelle macroscopique. En ce qui concerne la phase de déshydratation, l'eau reste encore pendant la mise en hygrométrie HR = 95 %, 90 %, 85 % pendant quinze minutes puis elle disparaît brutalement lors de la mise en humidité relative à 80 % après 15 minutes (Figure 4-11b). Cela montre que l'énergie due à la déshydratation est plus importante que celle due à l'hydratation. En parallèle, il est à noter que la morphologie de la surface a été nettement modifiée après le premier cycle d'hydratation/déshydratation. Cette modification est plus importante lors de l'apparition de l'eau. Suivant l'observation de la vidéo réalisée, cette apparition semble être de bas en haut et située localement. Ce phénomène est lié à un mécanisme d'érosion par le transport et le dépôt et à des phénomènes d'origine physicochimique tels que la cinétique de dissolution ou précipitation de la calcite.

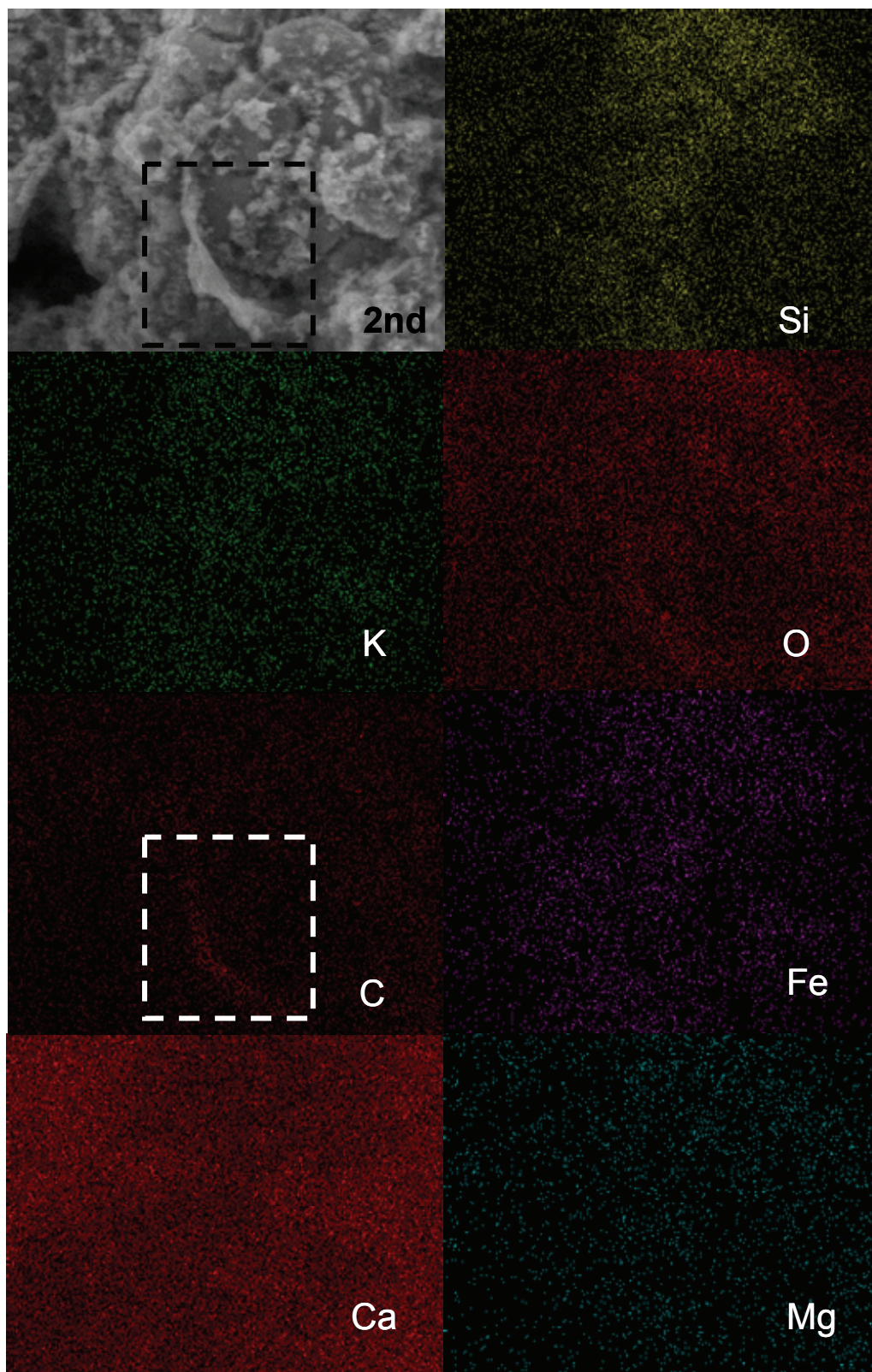
Un dépôt lors d'une phase de drainage a été clairement observé sur la topographie de l'échantillon 2 après le second cycle d'hydratation/déshydratation (Figure 4-12). Ces constatations ont été également confirmées dans l'analyse de la cartographie aux rayons X. En effet, les résultats obtenus par la cartographie montrent l'existence d'une composante chimique telle que Si, Al, Ca, Fe, K, C, O et Mg. En particulier, on observe qu'après des cycles hydratation/déshydratation, la disparition du calcium transporte d'autres éléments chimiques (C, Fe) à certains endroits de l'échantillon (Figure 4-12). Dans cet essai, le processus de carbonatation s'est vraiment produit comme le montre la présence d'une bande concentrée de carbone dans le rectangle noir (en pointillé sur l'image d'observation) la cartographie après le deuxième cycle d'hydratation/déshydratation.



(a)



(b)



(c)

Figure 4-12: Cartographie aux rayons X des éléments chimiques de l'essai 2, à l'état initial (a), après premier cycle hydratation/déshydratation (b) et après 2^e cycle (c)

L'essai 3 est l'un des premiers essais réalisés avec l'agrandissement 15000 afin d'observer les modifications des pores, des coccolithes et des micro-mécanismes (dissolution, cristallisation etc...). Comme l'indique la Figure 4-13, les topographies des étapes de l'essai 3 après le premier cycle d'hydratation/déshydratation, montrent une conformité du mécanisme de transport et dépôt à l'échelle du micropore. Dans cet essai, il semble que l'apparition d'eau a été observée sous la forme de goutte ou bulle sur le coccolithe (au milieu de l'image) lors de l'application de l'humidité relative à 95 % (Figure 4-13). La goutte d'eau apparue mesure environ un micromètre. Cependant, cette apparition reste encore limitée. La vidéo pendant la mise en hydratation de l'humidité relative de 100% a permis de constater que l'eau apparaît progressivement de bas en haut dans le pore. Elle représente l'eau capillaire contenue dans les pores dont les propriétés sont modifiées par la présence et la courbure d'une interface liquide-vapeur. Il est important de noter que l'eau qui apparaît pendant HR = 95 % est lentement dissolue dans l'eau capillaire apparue pendant HR = 100 %.

Lors de la procédure de déshydratation pour le premier cycle de l'essai, après 30 minutes de mise en humidité relative (HR = 80 %), la déshydratation ne s'est pas encore produite. En raison de contraintes techniques (durée et mémoire vidéo), on a dû arrêter l'acquisition vidéo en gardant l'humidité relative contrôlée à 80 %. L'image après une nuit de la déshydratation montre qu'il existe une membrane mince couvrant la surface observée (Figure 4-13b). Afin de confirmer la présence de cette membrane, on a fait un zoom arrière sur cette image. La Figure 4-14 présente cette membrane qui est située localement. Elle a été également observée après chaque cycle d'hydratation /déshydratation pour les essais 4 et 5 (Figure 4-15).

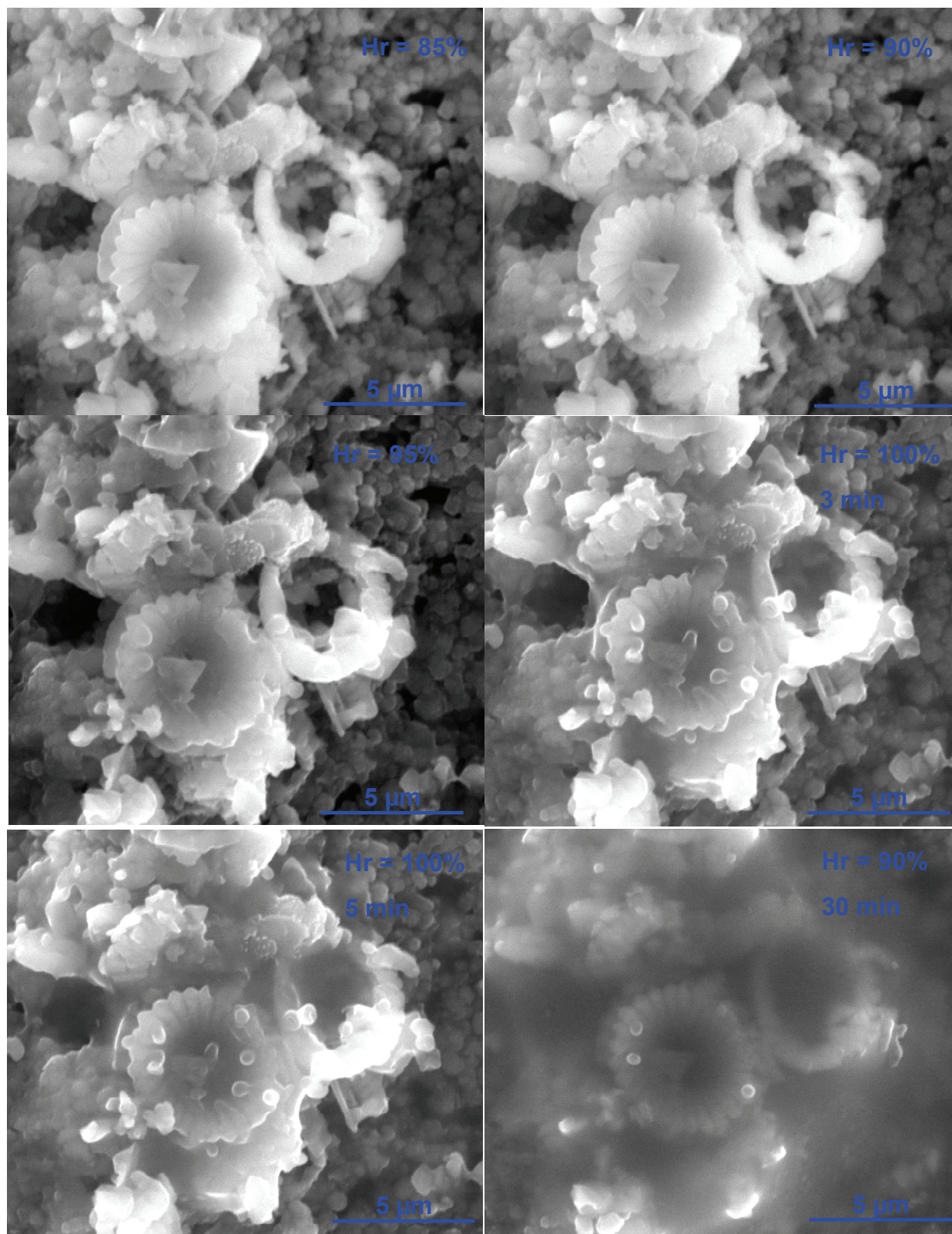
La question se pose alors de connaître l'origine et l'impact de cette membrane sur l'interaction eau/roche. Pourtant, la cartographie aux rayons X après cycle d'hydratation/déshydratation ne détecte que des éléments chimiques existant avant la phase d'hydratation, aucun changement n'a été constaté. Lors de l'observation de l'hydratation du ciment, Damidot & Sorrentino (2004) ont supposé qu'une évaporation trop rapide ou trop importante de l'eau peut conduire à précipiter une quantité supplémentaire du solide mais aussi à une couche amorphe contenant des ions de la solution. Cependant, un autre phénomène inexplicable a été observé lors de l'apparition de l'eau. Des bulles d'air ou bactéries se présentent simultanément sur la surface observée avec la présence d'eau (Figure 4-16). Ce phénomène est-il temporaire ? Afin de mieux comprendre ce phénomène, une étude sur des analyses

texturale, minéralogique et biologique en collaboration avec le Centre de Géosciences à l'Ecole des Mines de Paris, ITECH-Entreprises ont été menée. Cette étude a confirmé que :

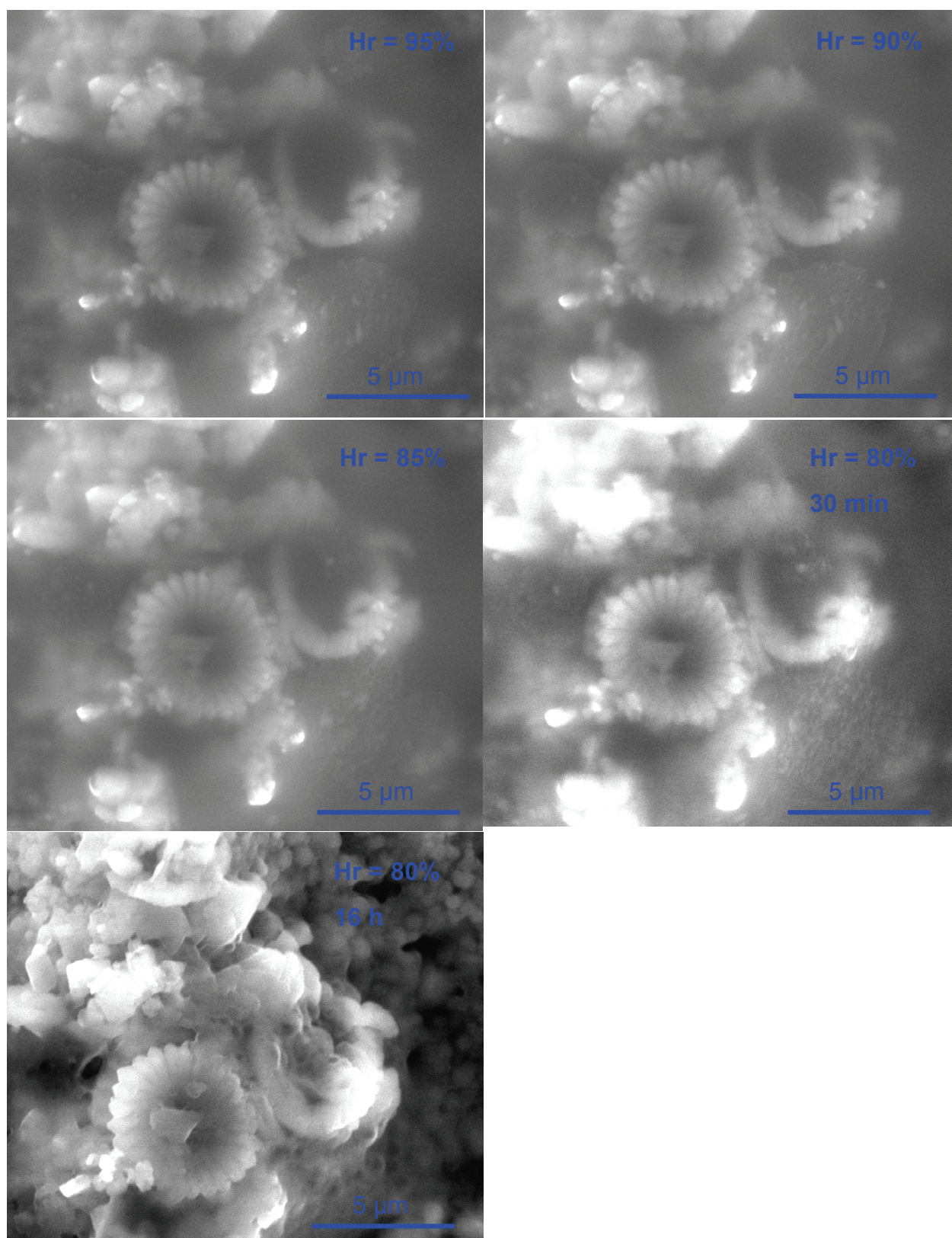
- La texture de la craie d'Estreux se présente sous forme d'une matrice poreuse constituée essentiellement de coccolithes dans lesquels sont noyés des fragments de foraminifères et d'échinodermes. Ces derniers, très compacts, confèrent ponctuellement à la craie une meilleure résistance à l'altération.
- L'analyse minéralogique met en évidence qu'à ces composants carbonatés et à la glauconie provenant d'une sédimentation marine s'ajoutent d'autres minéraux d'origines détritiques continentales (quartz et micas) ou par désagrégation des smectites et de l'illite.
- Des traces de dissolutions se traduisent par la présence des microcavités dans la matrice et dans les plages de calcite compactée.
- L'analyse biologique confirme la présence de flore bactérienne observée au MEB.

Des bactéries sont responsables d'une dégradation de la craie. En effet, ces bactéries pourraient utiliser la craie comme support nutritif et de plus, les bactéries sulfato-réductrices peuvent produire de l'acide sulfhydrique (H_2S) qui génèrent de bulles de gaz dans l'eau.

L'ensemble des vidéos des autres cycles de la phase de déshydratation pour l'agrandissement de 2000 a montré que l'eau disparaît brutalement.



(a)



(b)

Figure 4-13: Les images d'observation de l'essai 3 pour le premier cycle (a) hydratation, (b) déshydratation

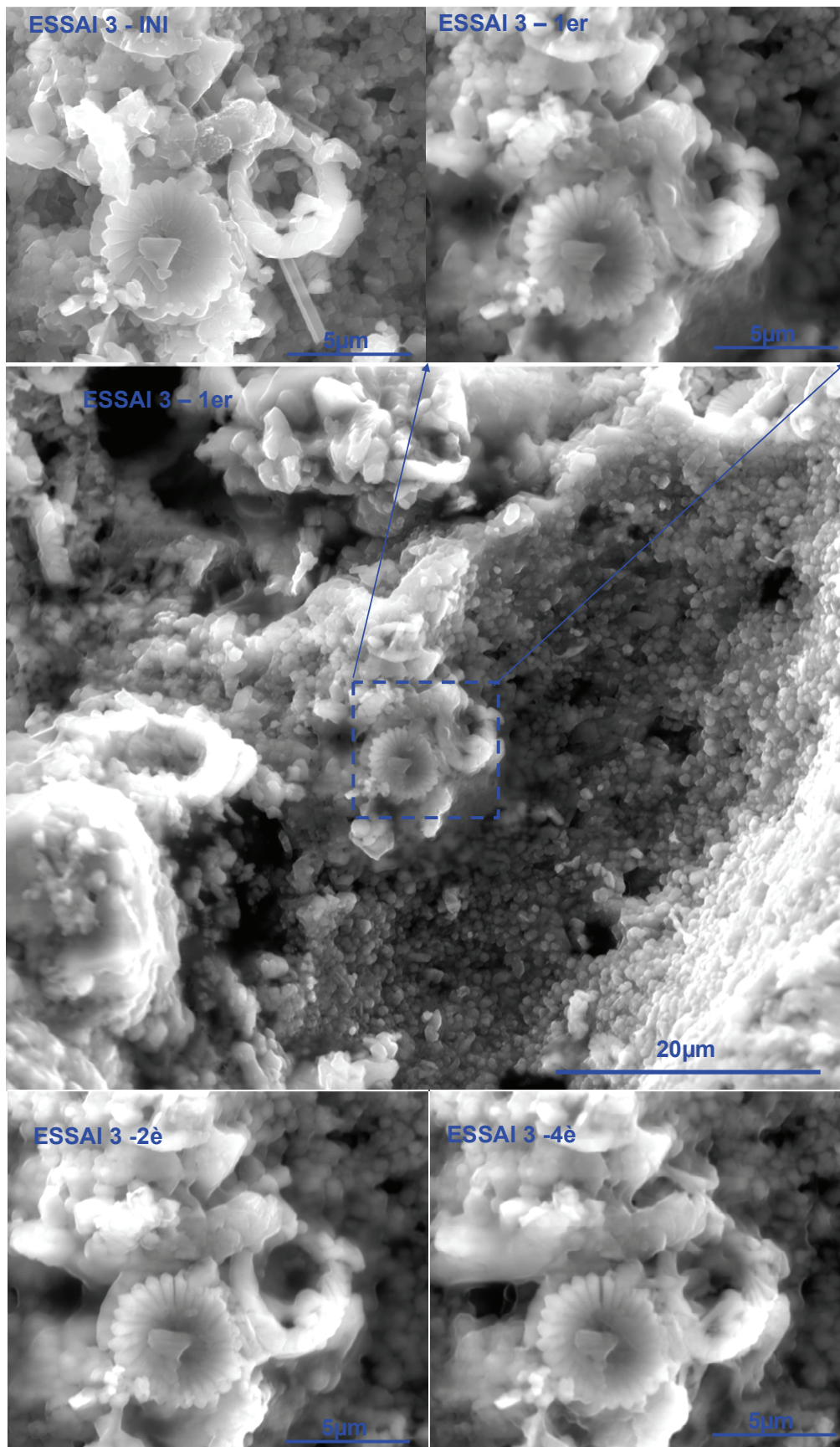


Figure 4-14: Topographie de l'essai 3 pendant 4 cycles hydratation /déshydratation

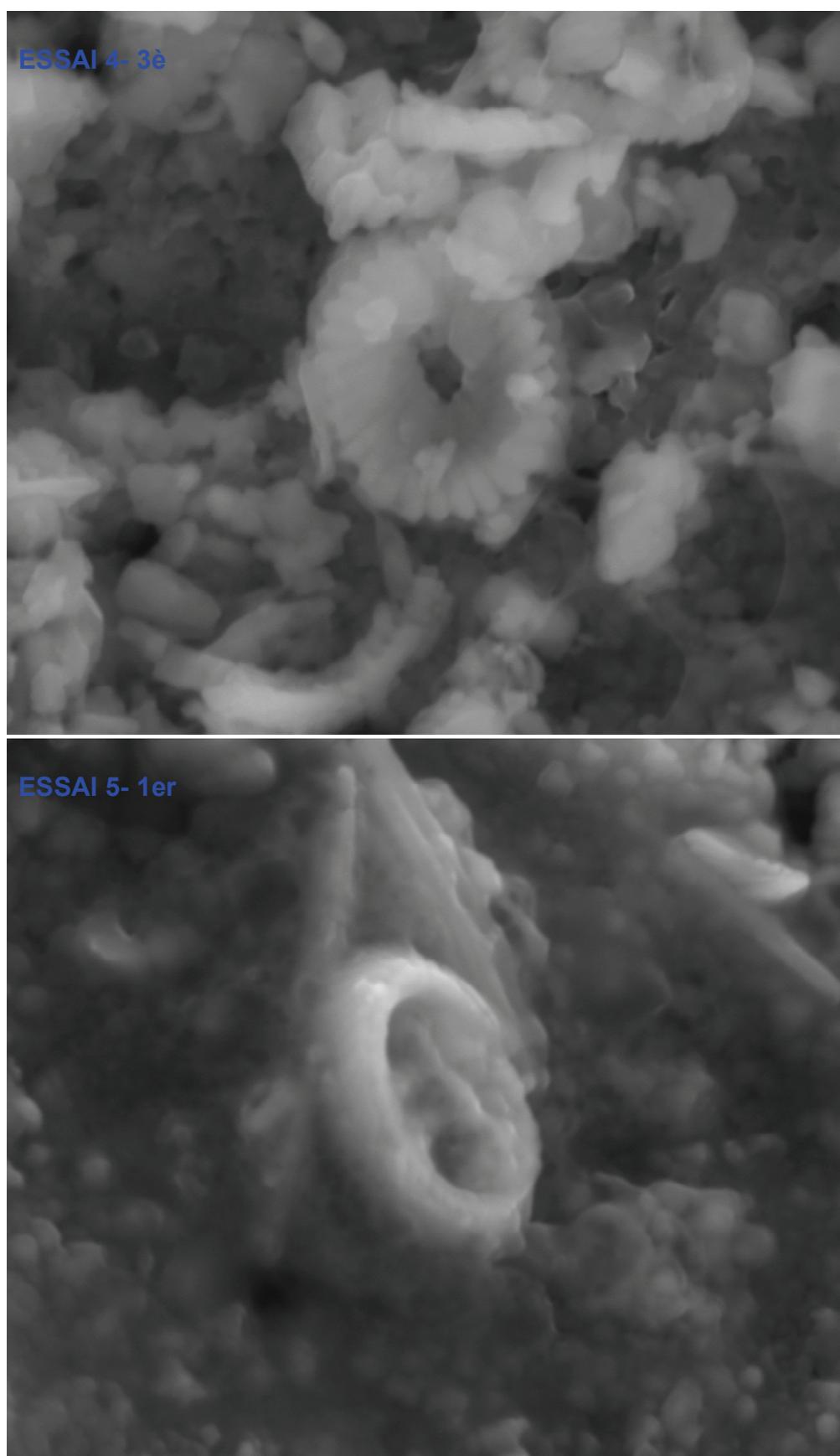


Figure 4-15: Apparition d'une membrane après cycle hydratation/déshydratation des essais 4 et 5.

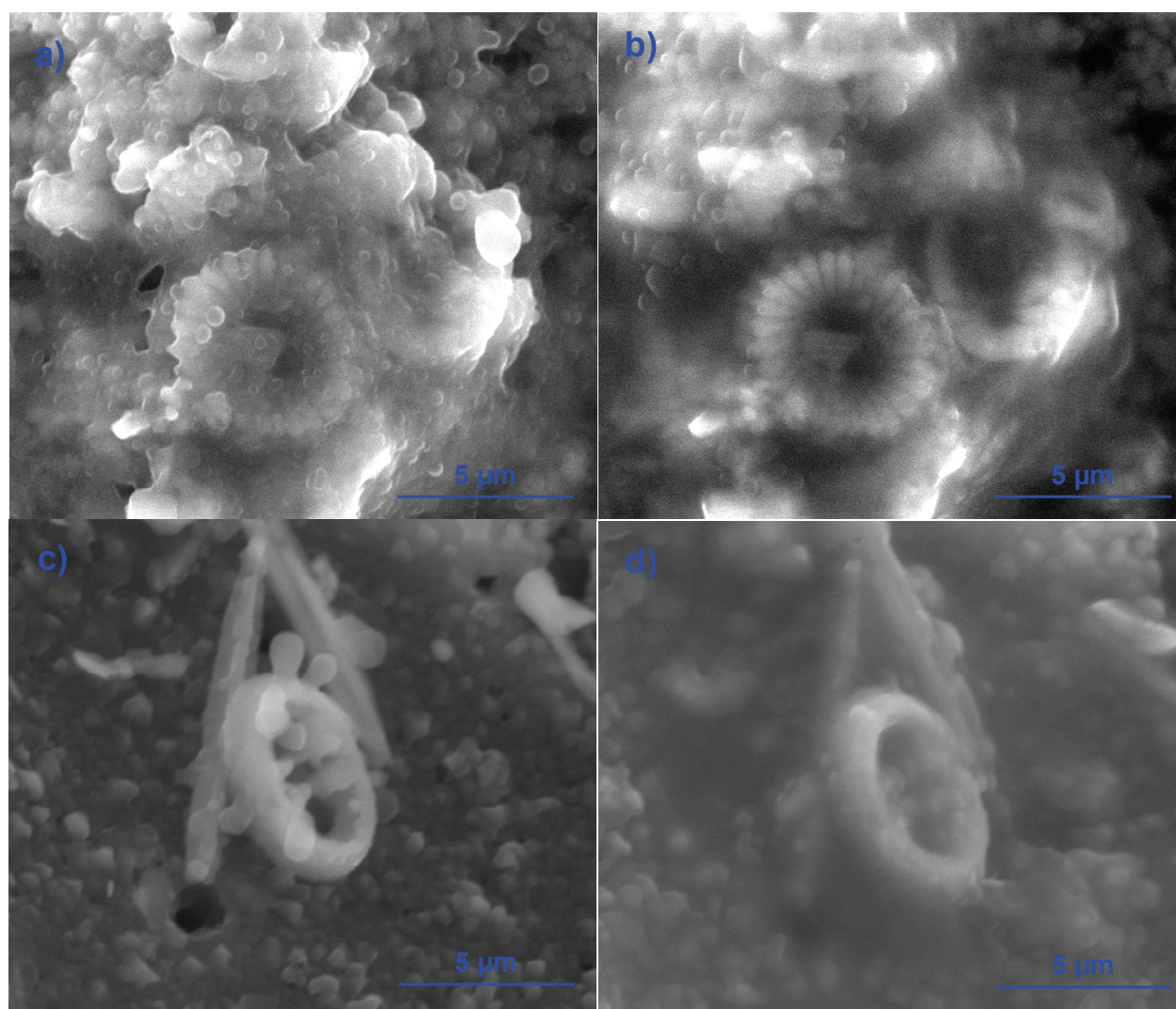


Figure 4-16: Autres phénomènes observés (a) 2nd cycle d’hydratation de l’essai 3, (b) 2nd cycle de déshydratation de l’essai 3, (c) 1^{er} cycle d’hydratation de l’essai 5 et (d) 2nd cycle de déshydratation de l’essai 5.

La reconstruction de la surface a été réalisée à l’aide du logiciel MEX3D version 4.1 pour la caractérisation morphologique la surface observée (rugosité, profile et évolution surfacique de coccolithes et de pores, etc.). A partir de deux images stéréophotogrammétriques, la reconstruction numérique de la surface de l’essai 3 est présentée dans la Figure 4-17. Suivant les quatre cycles d’hydratation/déshydratation, la morphologie devient de plus en plus lisse et érodée par le fait du mécanisme de transports et de dépôt et par la présence de flore microbactérienne pouvant dégrader la craie. Les profils montrés sur la Figure 4-18 ont mis en évidence les mêmes observations. En fait, les « remblais » et « déblais » après chaque cycle sont visibles sur les profils par la présence respective de convexe et concave. La grandeur de

ces variations de profils montre l'existence d'argile de type illite dans la craie qui possède un faible potentiel de gonflement par rapport à la montmorillonite et à la kaolinite.

La dégradation de la calcite se traduit par la diminution de la surface de coccolithe après chaque cycle (Figure 4-19). La pente de cette courbe exprime quantitativement la dégradation lente de la calcite en présence de l'eau.

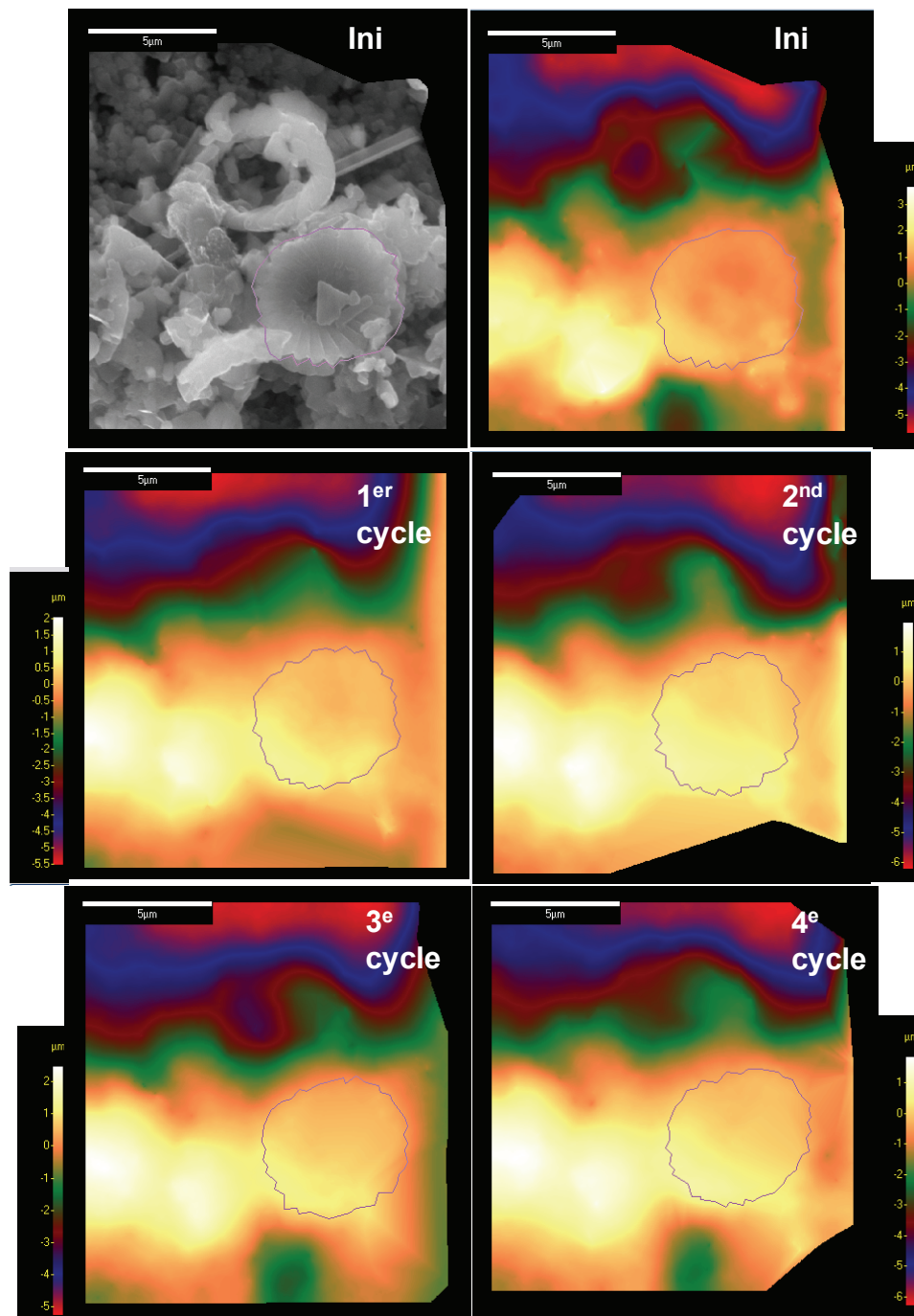


Figure 4-17: Reconstruction 3D de la surface de l'essai 3 après 4 cycles hydratation/ déshydratation

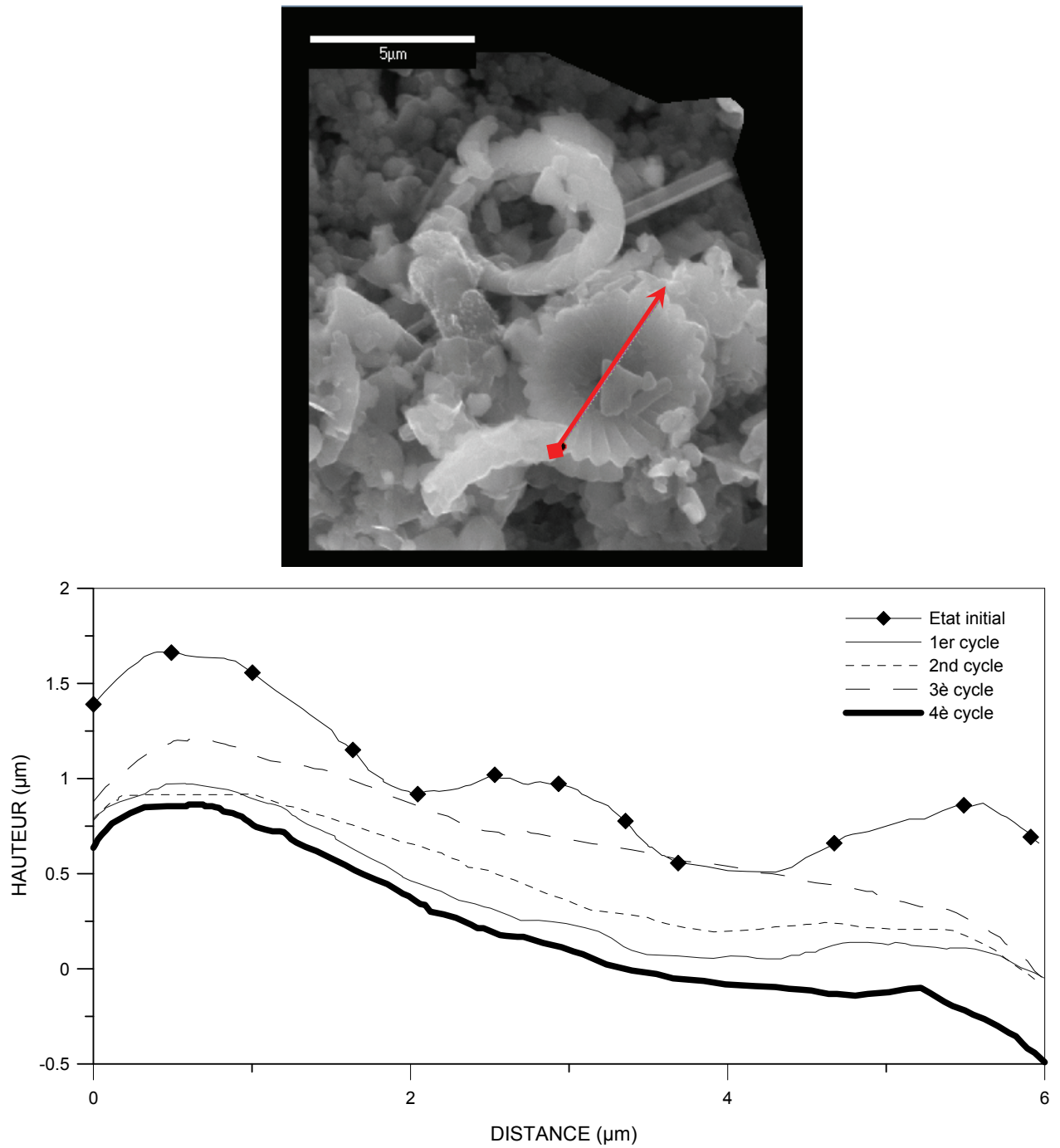


Figure 4-18: Profile de la surface de l'essai 3 pendant quatre cycles de hydratation/déshydratation

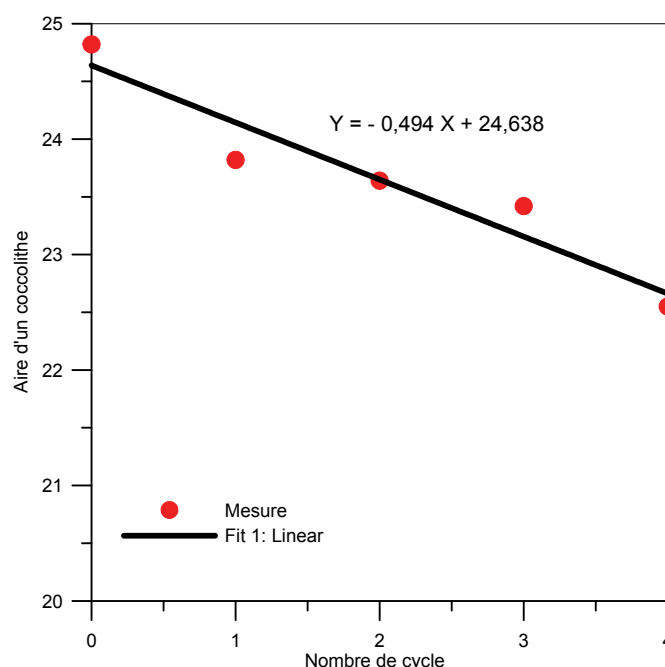


Figure 4-19: Evolution de l'aire d'un coccolithe de l'essai 3 après quatre cycles hydratation/déshydratation

4.4 Essai compression simple dans le MEBE

Comme nous l'avons évoqué dans la partie précédente, l'humidité relative dans le MEBE est contrôlée en imposant la température et la pression dans la chambre. Actuellement, la température est contrôlée par un système de Peltier qu'il faut extraire de la chambre quand on insère la cellule de compression/traction (Microtest). C'est pourquoi, dans cette partie, des essais micromécaniques de compression simple sur des échantillons secs et saturés sont présentés avec l'objectif d'évaluer les conséquences de tels changements « morphologiques » sur la résistance du matériau et afin de caractériser le comportement visqueux de la craie d'Estreux.

4.4.1 Préparation de l'échantillon

L'usinage de l'échantillon pour les essais micromécaniques a été effectué soigneusement à l'aide d'une carotteuse et d'une tronçonneuse de précision. La carotteuse a été également utilisée pour l'échantillon de l'essai triaxial. Equivalente au Microtest, le tube de carotteuse ($\Phi 8\text{mm}$) permet d'avoir un cylindre de craie de petite taille. Ensuite, ce cylindre est rectifié afin d'obtenir deux faces parallèles au moyen d'une tronçonneuse de précision. Puis, grâce à l'observation par microscopie optique, la sélection préliminaire de l'échantillon a été réalisée afin d'éviter des défauts (casses, fissures, etc...) causées par le carottage et la rectification

(Figure 4-20). Finalement, la préparation de l'échantillon pour l'essai sec et saturé est identique à celle de l'essai oedométrique et triaxial.



Figure 4-20: Photographie d'une tronçonneuse de précision (a) et d'une microscopie optique (b)

4.4.2 Résultats et discussion

La Figure 4-21 présente les résultats de quatre essais de compression uniaxiale au moyen de la cellule de compression (Microtest). Les courbes de compression obtenues sur les échantillons secs montrent une bonne répétitivité et traduit l'homogénéité de la pureté de la craie. Cela dénote une qualité d'usinage satisfaisante à l'aide d'une tronçonneuse de précision et de la présélection par un microscope optique. L'influence de l'état de saturation sur la limite élastique ainsi que sur le module de compressibilité est nettement observée et en bon accord avec les résultats obtenus pour les essais oedométriques et triaxiaux en laboratoire. Le ratio UCS_{sec}/UCS_{sat} avoisine 1,8 et présente une bonne concordance avec les résultats obtenus par Raffoux & Ervel, 1980 sur cette craie. De plus, les photographies du mode de rupture présentés sur la Figure 4-21b témoignent d'un mode de rupture brutal en cisaillement par la présence d'une bande de cisaillement bien marquée.

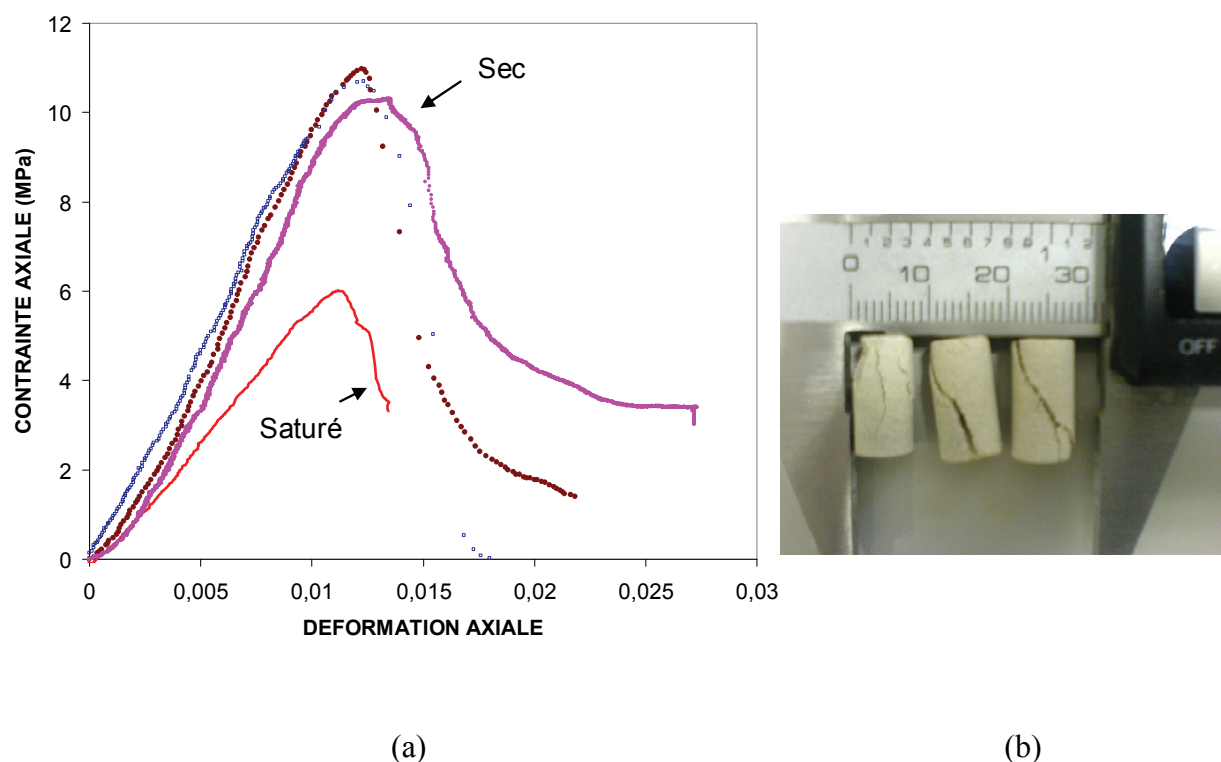


Figure 4-21: Essai de compression simple sur des échantillons de craie d'Estreux (a) et leurs photographies après la rupture (b)

Le MEBE a permis de poursuivre l'évolution dynamique de la microstructure pour un échantillon sec (Figure 4-22). Comme indiqué sur cette figure, aucune fissure n'est visible sur la zone d'observation avant le pic de rupture ou de résistance. La vidéo réalisée pendant la phase de chargement montre que la rupture du matériau se développe brutalement après le pic de résistance par l'apparition de l'ouverture des fissures. Ce qui pourrait être expliqué par le mécanisme de décohésion et de glissement relatif entre les grains qui se produisent à l'intérieur de l'échantillon et ensuite se propagent en surface. Ce phénomène a été également observé sur l'échantillon saturé dans les premiers travaux (Sorgi & De Gennaro, 2006). Un mouvement des images balayées sur la surface d'observation témoigne d'une vitesse de déformation axiale appliquée (Bornert et al., 2008). Il pourrait être suggéré d'estimer le champ de la déformation locale de l'échantillon à l'aide d'un traitement numérique de l'image. En regardant les expériences réalisées avec ce dispositif, il est intéressant de remarquer que:

- Le balayage d'images a besoin d'un certain de temps mais par contre, la rupture est souvent brutale et se produit très vite.
- La qualité d'observation est difficile à régler à cause de la zone d'observation qui n'est pas plane (la section de l'échantillon est cylindrique).
- Deux mors bougent à la fois afin de contrôler la vitesse de déformation. Ce qui provoque une difficulté dans l'observation et le traitement de l'image.
- La zone d'observation pour le MEBE que l'INERIS a adopté est suffisante sous mode « high vacuum » (6mm x 6mm) mais très limitée sous mode « environnementale » (0,75mm x 0,75 mm). Il n'est donc pas évident d'observer la zone de rupture lors de la conduite d'essai avec le contrôle de succion.

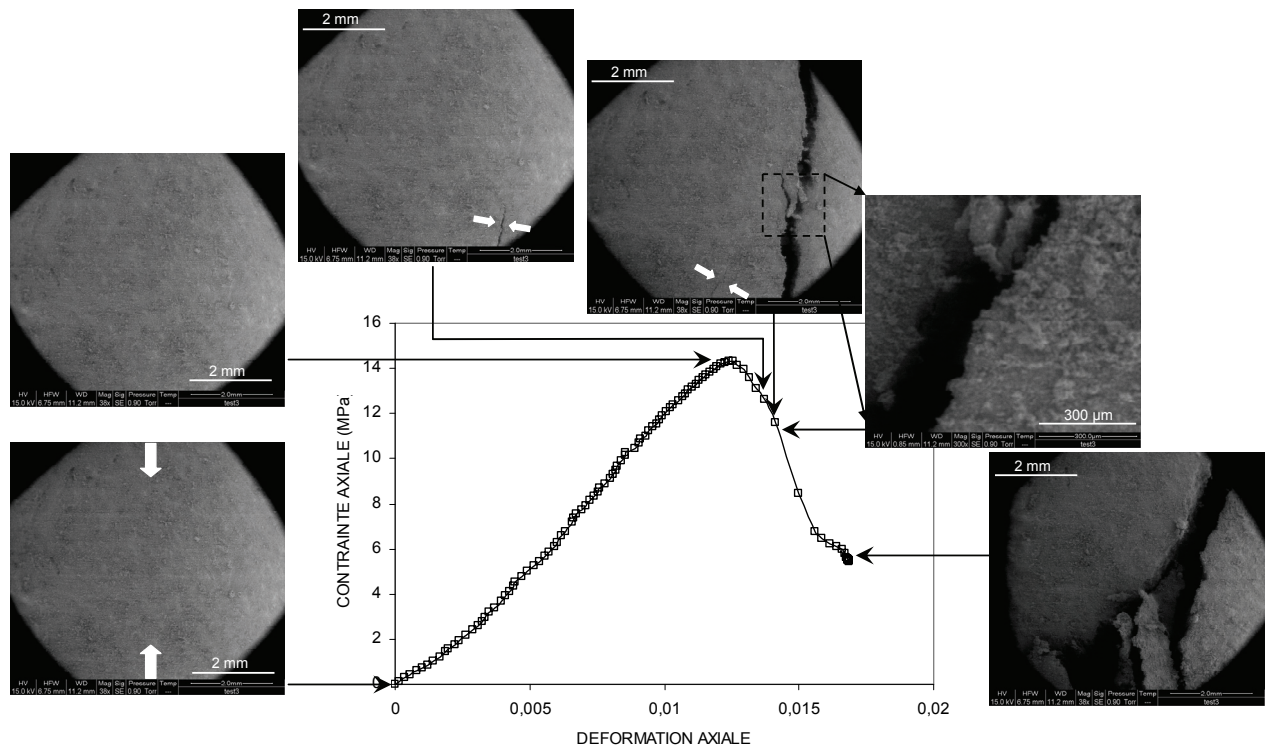


Figure 4-22: Evolutions microstructurales associées aux différents niveaux de contrainte pour un échantillon sec

Le comportement visqueux de la craie a également été étudié en regardant les effets de la vitesse de chargement des essais de compression uniaxiale par le Microtest, à l'échelle du MEBE. Les courbes effort/déformation issues de ces essais confirment l'influence de la vitesse de déformation sur la résistance de ce matériau et aussi sur le modèle de

compressibilité (Figure 4-23). En effet, comme dans le cas des essais mécaniques en laboratoire, plus la vitesse de déformation est grande, plus la résistance est grande.

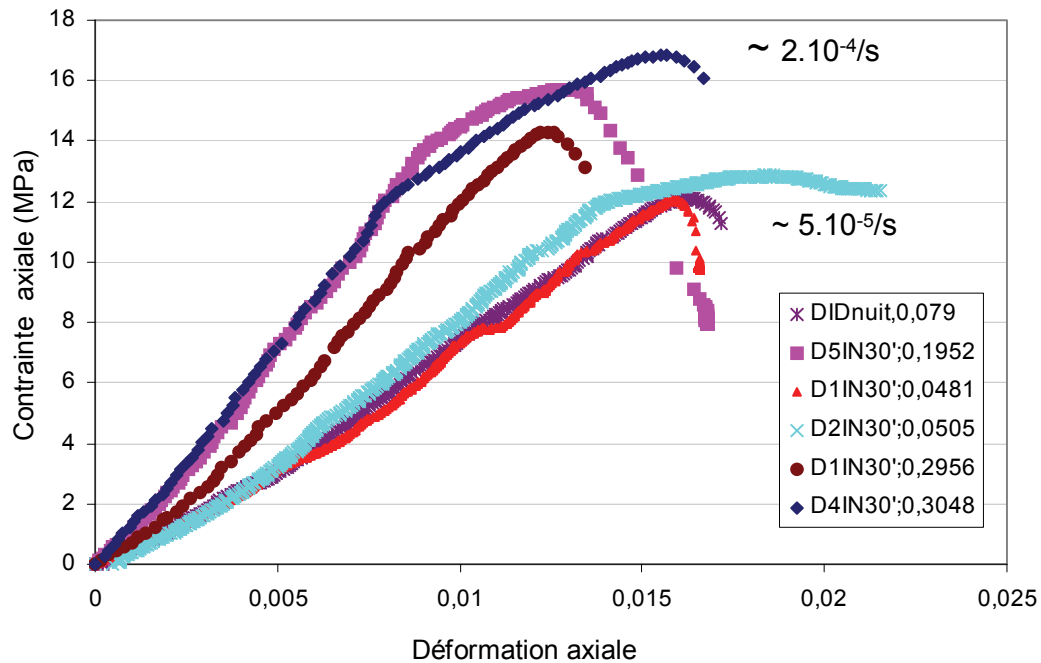


Figure 4-23: Essai de compression simple à différence de vitesse de déformation ($2.10^{-4}/s$ et $5.10^{-5}/s$)

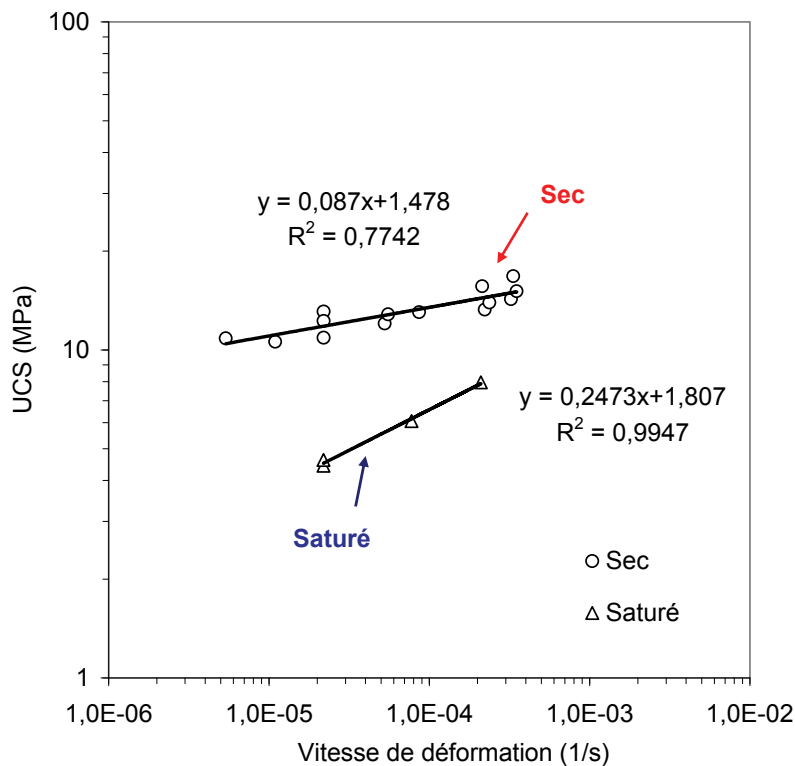


Figure 4-24: Evolution d'UCS en fonction de la vitesse de déformation axiale

La Figure 4-24 récapitule les résultats de dix-huit essais de compression simple dont quatre saturés et quatorze secs. La limite élastique est donc fonction de la vitesse de déformation. L'influence de l'état de saturation (sec et saturé) a été mise en évidence. Le ratio moyen entre UCS_{sec} et UCS_{sat} est égal à 2,02. On peut constater qu'aux deux états sec et saturé, cette augmentation de la limite élastique avec la vitesse de déformation est en accord avec les résultats de la littérature. Il est également intéressant de noter que la pente à l'état saturé est plus importante que celle à l'état sec. Il semble que la résistance devient indépendante de l'état de saturation pour une vitesse suffisante forte. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Priol et al., 2007 et ceux d'essais oedométriques type CRS (Constant Rate of Strain) (Leroueil, 2006))

Comme montré dans la discussion des essais en laboratoire à l'échelle macroscopique, la relation entre la limite élastique et la vitesse de chargement est associée au modèle rhéologique Isotach (Suklje, 1957). Elle est définie par une fonction logarithmique comme suit:

$$\log UCS = \frac{1}{m'} \log \dot{\epsilon} + B \quad (4.2)$$

où le paramètre m' est une fonction hydrique et égal au ratio entre le coefficient de compressibilité et l'indice de consolidation secondaire (Mesri et al., 1985). Yilmaz, 2005 a aussi développé une fonction logarithmique appliquée au marbre:

$$UCS = A \ln \dot{\epsilon} + B \quad (4.3)$$

Li & Xia, 2000 ont défini cette relation pour le grès rouge par une fonction arctan – logarithmique:

$$Rc = A + B \arctan(\log \dot{\epsilon} + C) \quad (4.4)$$

Où A, B, C sont les paramètres obtenus empiriquement.

Tableau 4-2: Paramètres des effets de la vitesse de déformation pour la craie d'Estreux

Etat	Suklje (1957)		Yilmaz (2005)	
	m'	B	A	B
Sec	11,5	1,48	1,136	24,06
Saturé	4	1,81	1,48	20,35

Cette fonction permet d'éviter que la résistance tende vers l'infini ou une valeur négative si la vitesse de déformation augmente ou diminue dans une gamme étendue. Les valeurs des paramètres déterminées pour l'essai de compression simple de la craie d'Estreux sont regroupées dans le Tableau 4-2.

4.5 Développement d'un système pour le contrôle de la succion dans le MEBE

Actuellement, seuls des essais sur des échantillons préalablement séchés et/ou saturés peuvent être effectué par le Microtest dans la chambre du MEBE, En collaboration avec le fournisseur du MEBE, nous avons essayé de concevoir un système pour le contrôle de la température dans la chambre (et donc de l'humidité relative).

4.5.1 Développement d'un système de contrôle de la température

Le développement du contrôle de la température est basé sur le principe de l'effet Peltier. Cet effet est un phénomène physique de déplacement de chaleur en présence d'un courant électrique par le circuit thermoélectrique de base. Alors, le système de contrôle de la température a besoin des pièces nécessaires suivantes:

- Modules thermoélectriques (Peltier) supposant que l'effet Peltier soit réversible
- Echangeur d'eau permettant de dégager la chaleur d'une face de modules thermoélectriques
- Pièce de transmission thermique (berceau en cuivre) qui contrôle la température autour de l'objet

Le dispositif d'adaptation de la cellule de compression (Microtest) dans la chambre du MEBE est présenté sur la Figure 4-25. Dans ce système, trois pièces importantes (module thermoélectrique, échangeur d'eau et berceau) rattachée en contact direct permettent une meilleur transmission du dégagement de chaleur par l'échangeur d'eau et de chaleur au niveau de conductivité thermique par le berceau en cuivre. Par contre, le contrôle de la température de l'échantillon est indirect par diffusion de chaleur à partir du berceau. Cela permet de ne pas empêcher la déformation de l'échantillon au cours du chargement uniaxial et de créer une ambiance thermique homogène autour de celui-ci. Par contre, cette technique rencontre une difficulté de transmission thermique due à la faible conductivité thermique de l'espace entre

l'échantillon et le berceau dans la chambre du MEBE. Les modules thermoélectriques sont connectés directement au système d'adaptateur du Peltier dans la chambre du MEBE.

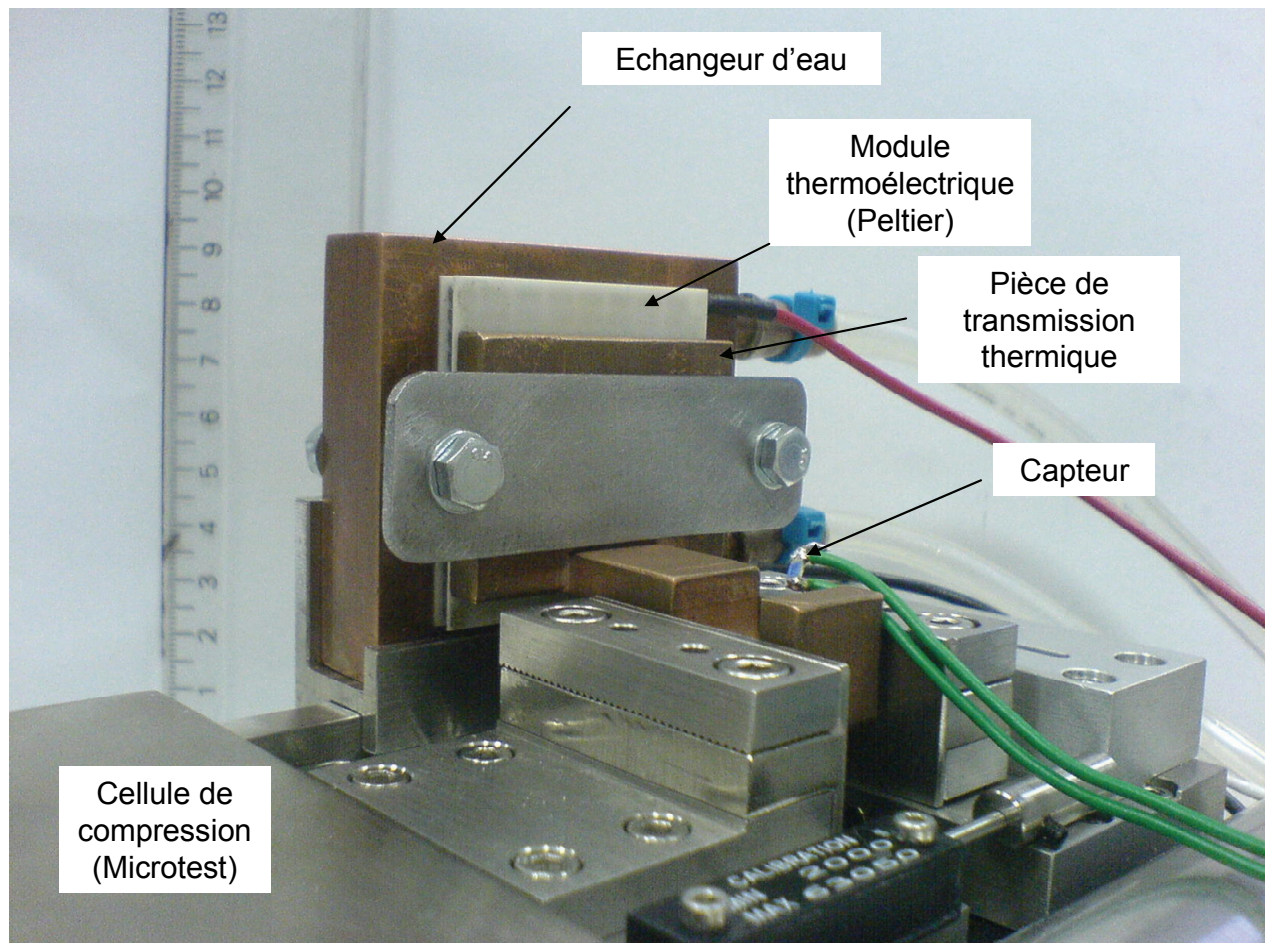


Figure 4-25: Dispositif des pièces du système de contrôle de la température

Afin de valider ce système, il est important de suivre la température et l'hygrométrie imposée autour de l'échantillon. Pour ce faire, l'enregistrement des données est nécessaire et le passage de connexion dans la chambre du MEBE et hors de celle-ci est obligatoire. Ce passage est assuré par la prise BD9 et six sorties supplémentaires dans la chambre du MEBE.

Dans la Figure 4-26, nous présentons le schéma du système de contrôle de la température dans la chambre du MEBE.

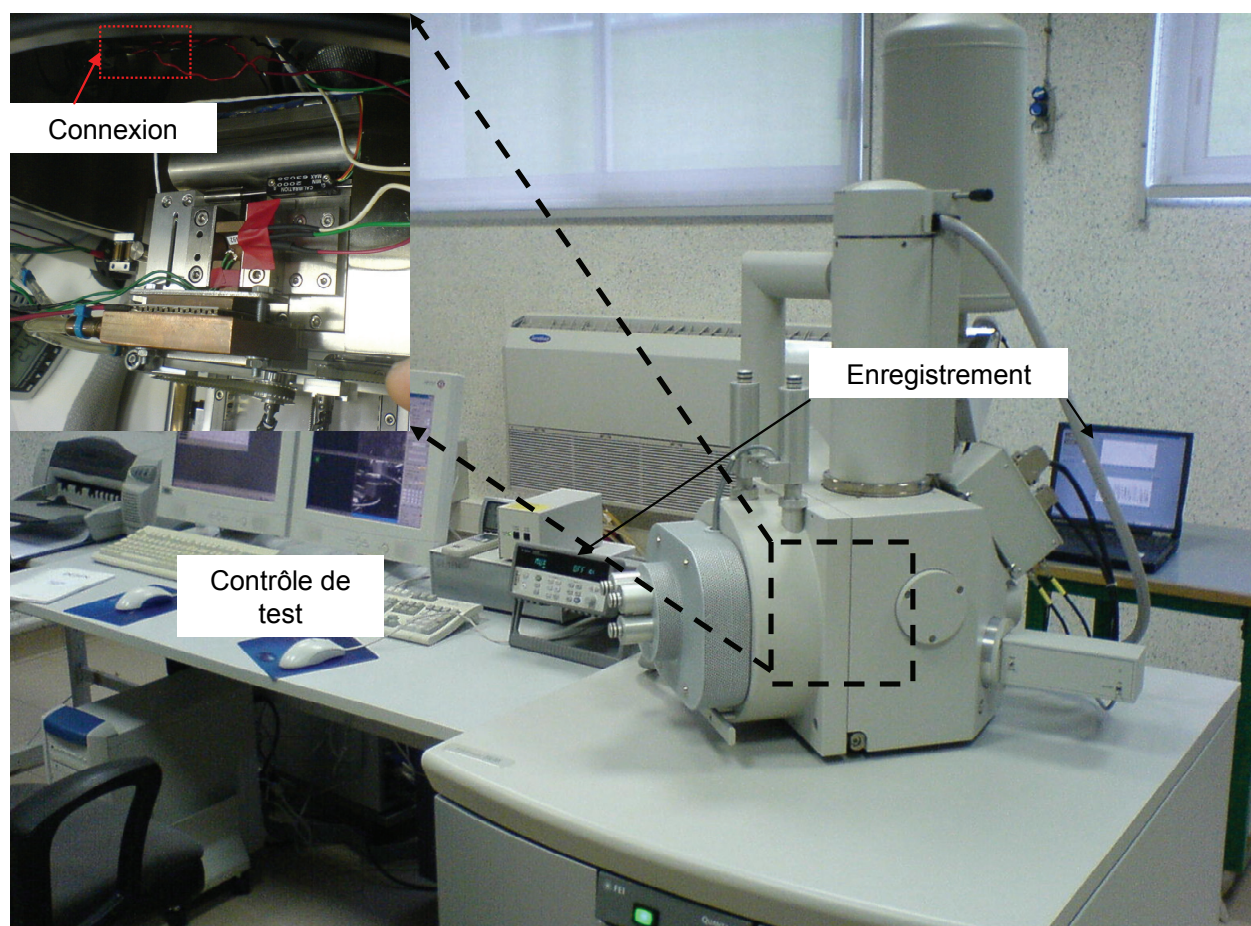


Figure 4-26: Schéma du système de contrôle de la température pour le Microtest dans le MEBE

4.5.2 Résultats et discussions

On a montré que la qualité d'observation au MEBE nécessite une température contrôlée qui doit être inférieure à 11°C. Afin de gagner du temps, pour les essais à basse température, l'échantillon saturé est placé dans le réfrigérateur après l'avoir mis sous vide. La température de l'échantillon est conditionnée à 6°C.

Trois échantillons à l'état initial saturé ont été chargés après avoir maintenue la saturation (HR = 100 %) pendant trois minutes, quinze minutes et seize heures dans le système de contrôle de température (Figure 4-27). Il est possible de constater que plus la durée dans le système est longue, plus la limite élastique ou UCS est grande c'est-à-dire plus l'échantillon est sec. En effet, le pic pour l'essai chargé après 3 minutes est égal à 7.7 MPa et 8.7 MPa et 14.5 MPa respectivement pour l'essai en compression après 15 minutes et 16 heures. Une autre remarque a été également observée. En comparant deux images d'un échantillon à l'état initial sec et mis pendant deux heures dans ce système pour saturer (HR =100 %), aucun

changement n'est visible. Tout cela montre la limite du système de contrôle de température. Cela peut s'expliquer par le fait que la capacité du système d'adaptateur de Peltier dans la chambre du MEBE n'est pas suffisante. En effet, ce système est fabriqué pour un échantillon de petite taille (environ 1cm) dans l'option de Peltier de refroidissement.

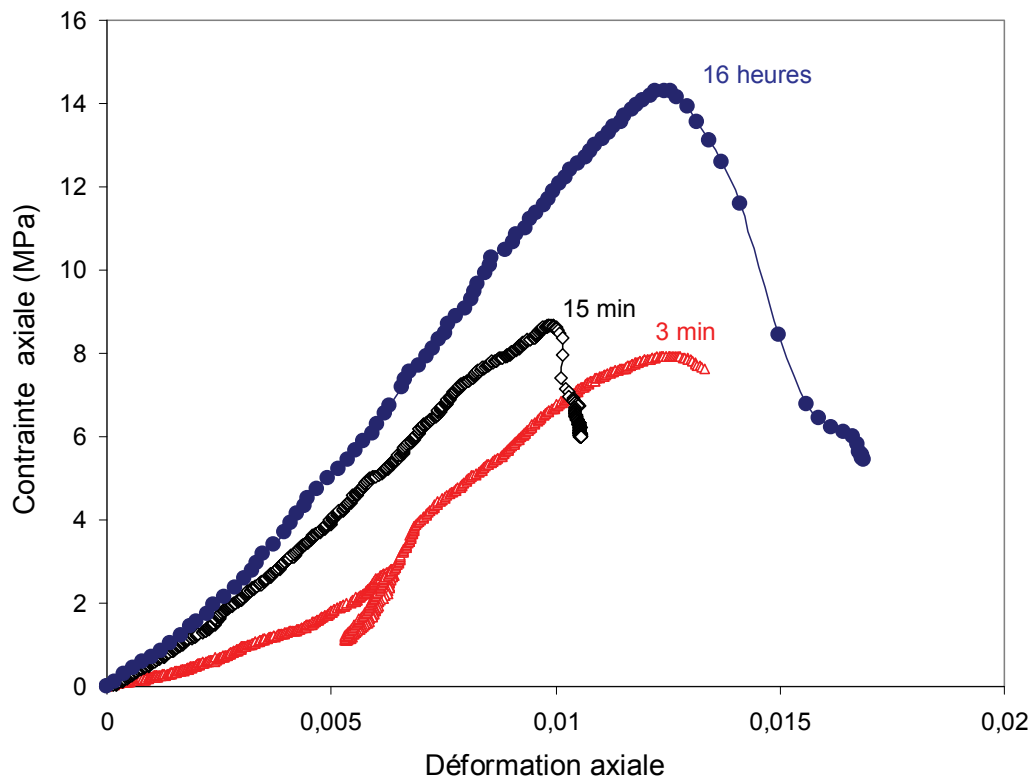


Figure 4-27: Essai de compression simple à l'état initial saturé dans le système de contrôle de température

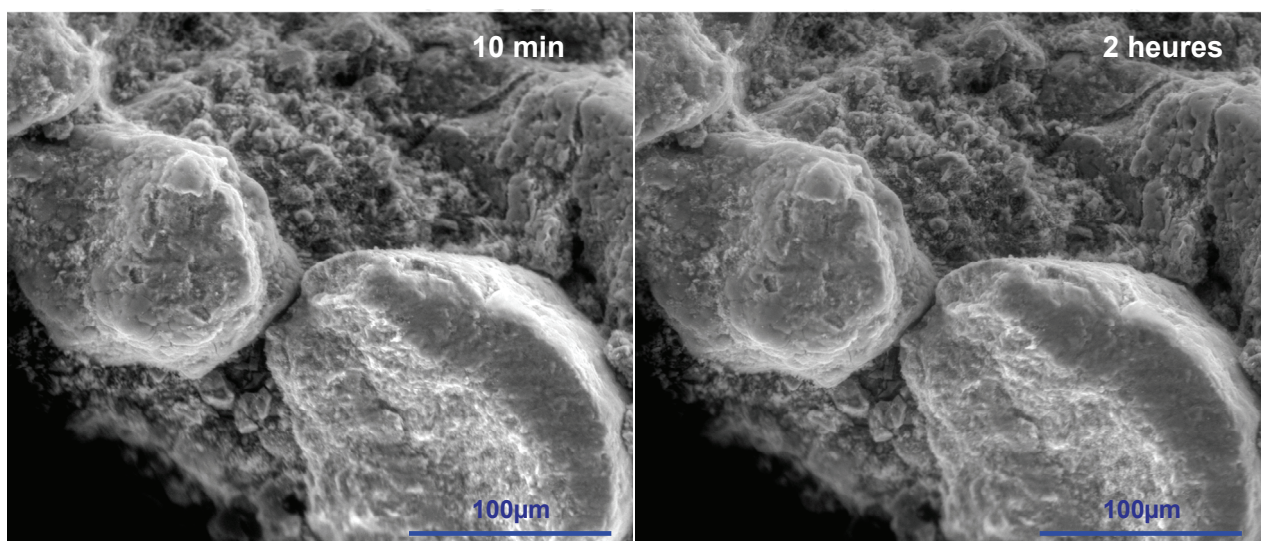


Figure 4- 28: Images d'observation d'un échantillon à l'état initial sec dans le système de contrôle pour l'humidité relative à 100% après 10 min (a) et après 2h (b)

Il est donc nécessaire de l'adapter afin de fournir une alimentation plus puissante aux modules thermoélectriques. En parallèle, l'ajout de liquides antigel dans le Chiller a été réalisé. Le Chiller assure une circulation de l'eau froide dans l'échangeur d'eau. Cela permet de diminuer la température dans l'échangeur d'eau et d'augmenter la possibilité de dégagement de chaleur. Afin d'éviter une perte de chaleur, le support et deux mors du Microtest ont été changés et ils sont en téflon rigide pour obtenir une bonne isolation thermique. Une alimentation 3A a été adoptée sur la liaison de passage de la chambre du MEBE vers l'extérieur afin d'augmenter la puissance du module thermoélectrique. Le nouveau dispositif est présenté sur la Figure 4- 29. Il est donc indispensable de savoir la relation entre le courant, contrôlé par l'alimentation 3A et la température correspondante. Une série d'essai d'étalonnage de ce système a été lancée (Figure 4-30). Comme l'indique la Figure 4-30b, on observe une bonne répétitivité de ces résultats. La durée de la première stabilisation de la température dans le MEBE est plus importante que celle à la suite de sa stabilisation (Figure 4-30b).

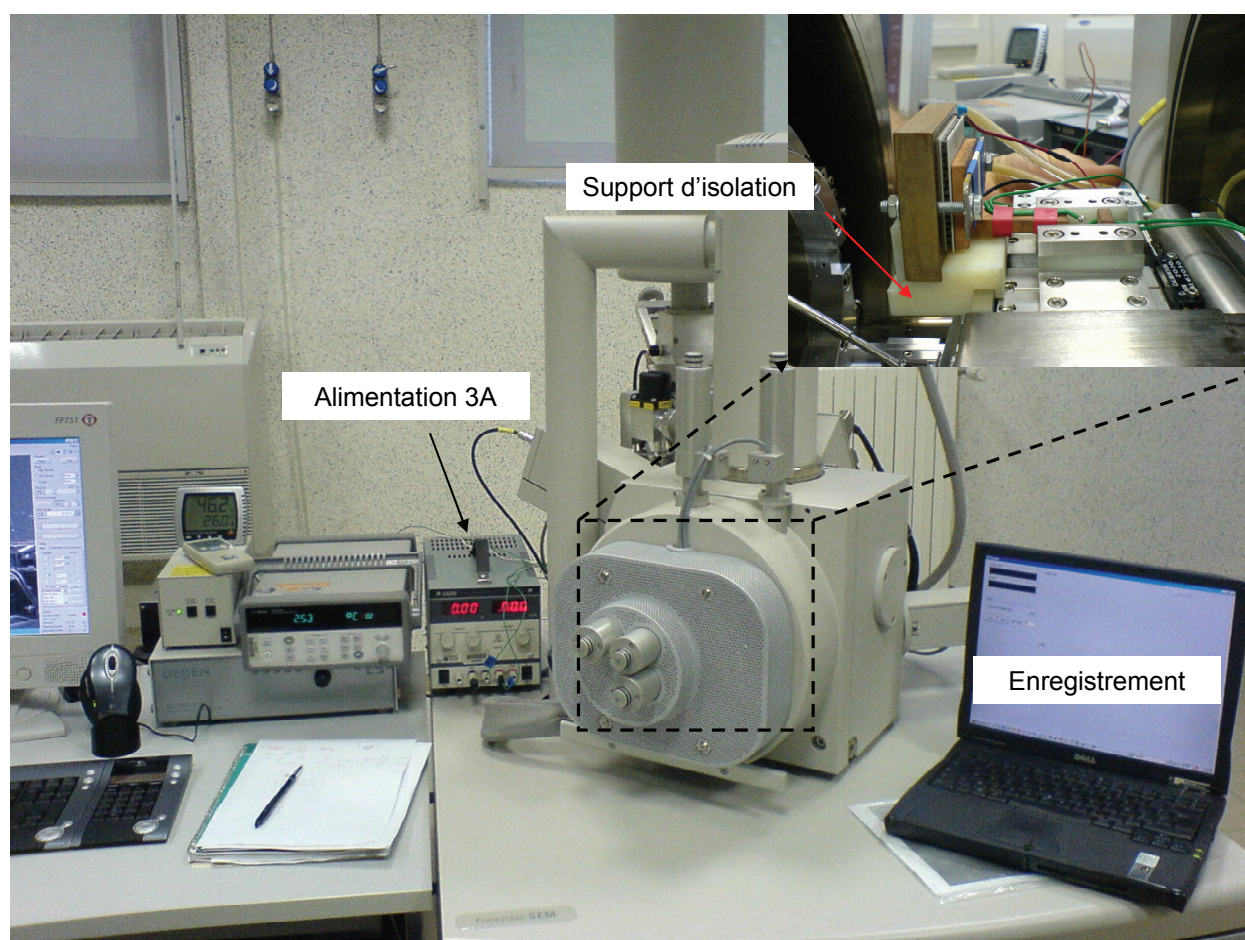
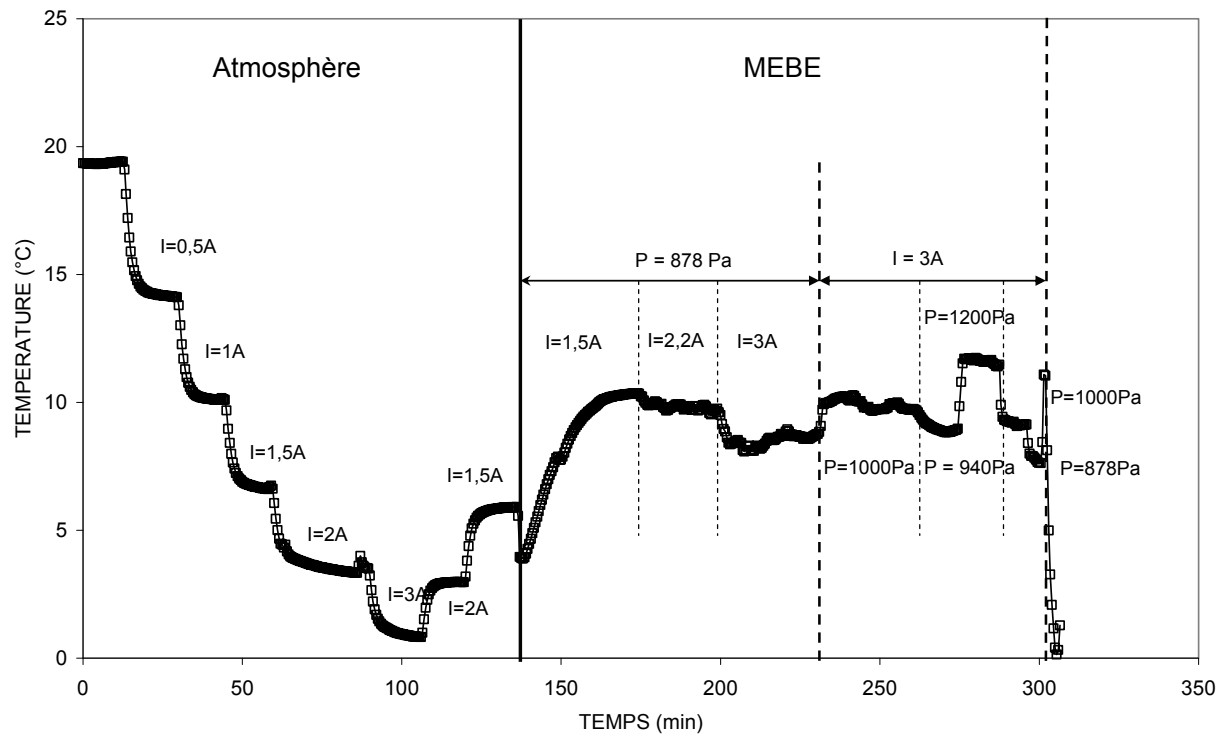
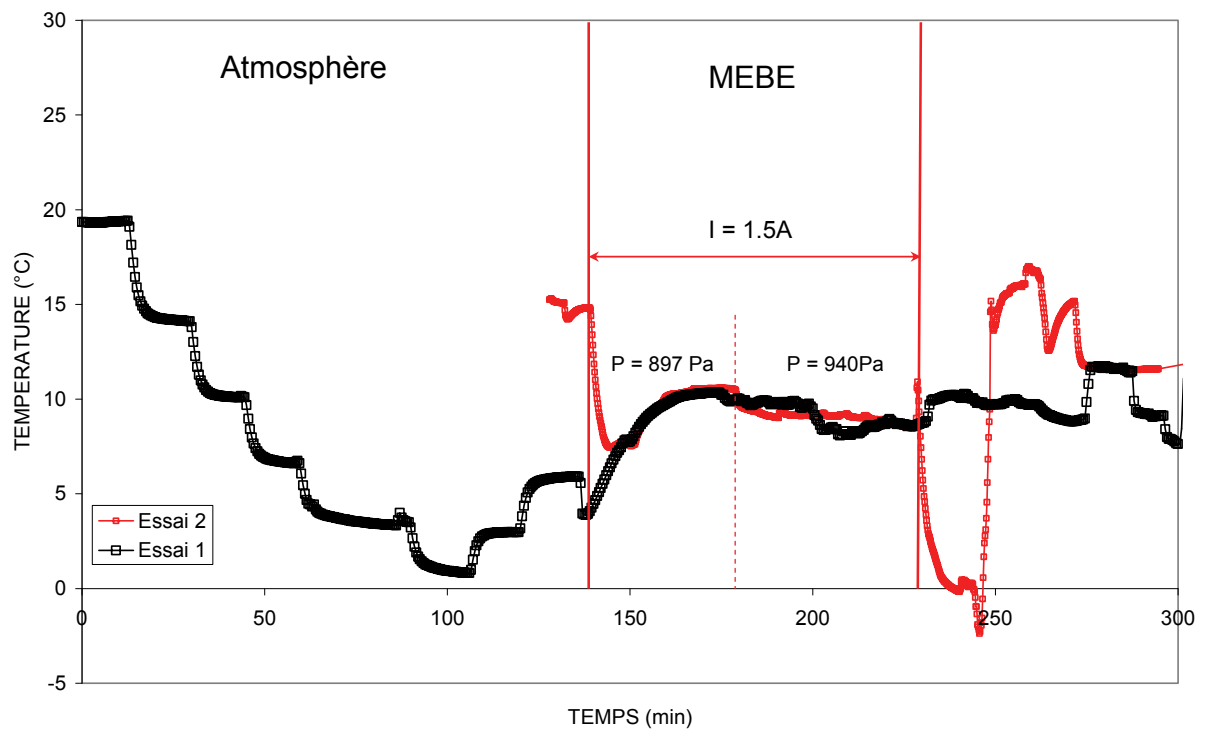


Figure 4- 29: Nouveau dispositif du système de contrôle de température



(a)



(b)

Figure 4-30: Evolution de la température en fonction du temps et le courant (a) Essai 1 et (b) comparaison Essai 1 et Essai 2

Afin de quantifier la capacité de contrôle de la température du nouveau système, le suivi de la masse (donc le degré de saturation) des échantillons saturés mis dans celui-ci a été réalisé. Dix échantillons saturés sont soumis à une humidité relative à 100 % dans le MEBE. Après un certain temps, ils sont sortis et pesés sur une balance de précision à côté du MEBE afin d'éviter la perte de masse due à l'évaporation. La perte du degré de saturation en fonction du temps a été observée sur la Figure 4-31. Comme l'indique cette figure, le degré de saturation se stabilise à 10 % après 50 minutes. Cela correspond à la succion de 4,2 MPa selon la courbe de rétention de la craie d'Estreux dans le chapitre 2. Grâce à ces résultats, on peut produire un contrôle de succion 4,2 MPa en plaçant l'échantillon à l'état saturé pendant 50 minutes dans le système de contrôle de température. La perte du degré de saturation de la craie témoigne de la limite de ce système. En effet, la transmission thermique indirecte sous la condition sous vide dans la chambre du MEBE pourrait être l'origine de cette limite. La conductivité thermique de l'espace entre le berceau et l'échantillon est très faible sous vide.

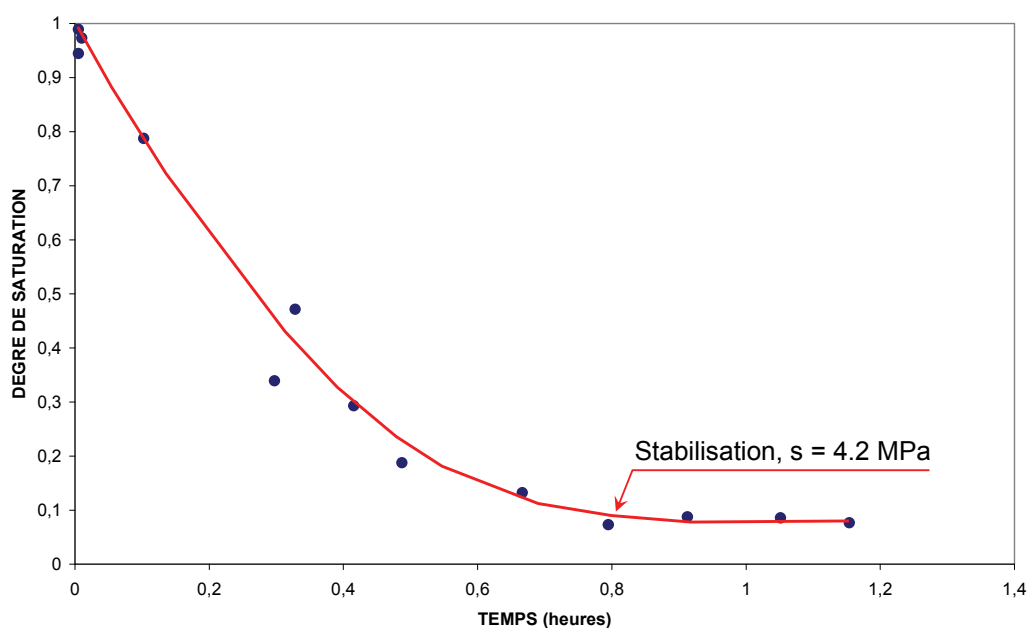


Figure 4-31: Evolution du degré de saturation en fonction du temps à l'humidité relative à 100% contrôlée

Dans la Figure 4-32, nous présentons les résultats issus des trois échantillons à différents états (sec, saturé et succion 4,2 MPa). Les trois essais ont été réalisés avec une même vitesse de déformation (2.10^{-5} /s). On observe une bonne concordance de l'ordre des courbes à différentes succions, une augmentation de la limite élastique en fonction de la succion. Ces résultats confirment la validation du système de contrôle de succion 4,2 MPa pour la craie d'Estreux.

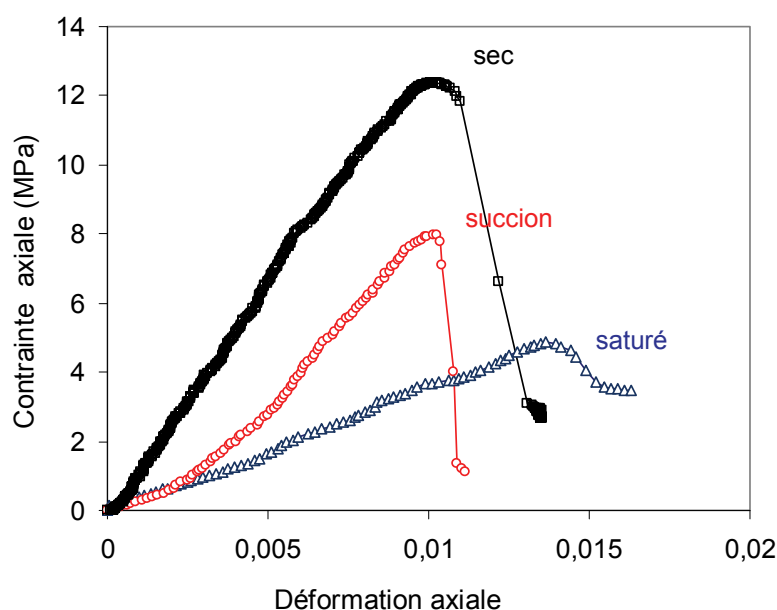


Figure 4-32: Influence de la succion sur l'essai de compression simple

4.6 Conclusions

Grâce au MEBE et à la cellule de compression/traction (Microtest), plusieurs essais d'observations soumis aux cycles d'hydratation/déshydratation sous/sans contraintes ont été réalisés.

L'observation d'échantillons a permis de mettre en évidence l'interaction eau-roche. Le mécanisme de transport en phase de saturation et de dépôt lors d'une phase de désaturation a été observé. Le processus de carbonatation a également été mis en évidence. L'observation et l'analyse de bactérie ont confirmé la présence de flore de bactéries dans la craie, ce qui pourrait être responsable d'une dégradation lente de la craie.

La technique d'analyse d'image par la stéréophotogrammétrie a permis de quantifier des changements de la morphologie de la surface observés au moyen de la reconstruction 3D. Les profils issus de ces analyses ont confirmé des changements sensibles avec l'élargissement et l'approfondissement temporaires de l'espace poreux sur la surface observée pour le mécanisme de transport et de dépôt.

L'essai réalisé sous chargement mécanique a permis de suivre l'évolution du mode de rupture par le mécanisme de glissement et de décohésion entre les grains. Ce mécanisme se produit d'abord à l'intérieur de l'échantillon et puis se propage en surface.

Le comportement visqueux de la craie a été étudié en réalisant des essais de compression simple dans la chambre du MEBE. Les influences de l'eau et de la vitesse de déformation ont été caractérisées. Les résultats présentent une bonne concordance avec ceux des essais oedométriques et triaxiaux.

La conception d'un système de contrôle de température a permis d'imposer une succion de 4,2MPa pour la craie d'Estreux dans la chambre du MEBE.

Cependant, il existe encore des problèmes à résoudre lors de l'observation au MEBE tel que la précision de l'HR imposée, la durée effective de stabilisation lors la mise en succion.... Des développements du système de contrôle de température sont encore nécessaires afin de mieux contrôler la succion dans la chambre du MEBE.

Chapitre 5 : Modélisation du comportement de la craie

Table de matière

5.1	Introduction	172
5.2	Simulations par le modèle de Barcelone- BBM (Alonso et al., 1990)	172
5.2.1	Chemin de chargement	172
5.2.2	Détermination des paramètres du modèle	173
5.2.3	Simulations	174
5.2.4	Synthèse sur le modèle de Barcelone	176
5.3	Développement d'un modèle visco-hydromécanique	176
5.3.1	Comportement élastique	178
5.3.2	Surfaces de charge	178
5.3.3	Déformation viscoplastique	179
5.4	Détermination des paramètres	180
5.5	Validation du modèle	181
5.5.1	Essais isotropes	181
5.5.2	Essais déviatoriques	183
5.6	Application au cas de la carrière souterraine	185
5.7	Conclusions	187

5.1 Introduction

Les résultats expérimentaux ont mis en évidence l'influence de la succion et du temps sur le comportement mécanique de la craie d'Estreux. Une extension homothétique de la surface de charge de la craie est liée étroitement à la succion et à la vitesse de chargement ou déformation. Cela confirme la nécessité de prendre en compte les effets hydriques et les effets du temps dans la modélisation du comportement de la craie d'Estreux. Dans un premier temps, afin de prendre en compte l'effet de la succion, les essais oedométriques ont été simulés au moyen du modèle de Barcelone- BBM (Barcelona Basic Model, Alonso et al., 1990). Cette simulation a pris en compte un chemin de chargement oedométrique. Ensuite, nous présenterons une extension du modèle visco-hydromécanique développé à partir du modèle RASTRA (RAte of STRAin model) proposé par De Gennaro & Pereira (2008). Ce modèle développé sera validé par les résultats expérimentaux obtenus sur la craie d'Estreux. Finalement, basée sur ce modèle du comportement de la craie partiellement saturé, l'application au cas d'effondrement dans la carrière sera qualitativement présentée.

5.2 Simulations par le modèle de Barcelone- BBM (Alonso et al., 1990)

5.2.1 Chemin de chargement

Le chemin de chargement d'un essai oedométrique à succion constante est décrit dans la Figure 5-1. Dans la limite élastique, on peut décrire le comportement de la craie à l'aide d'un modèle élastique linéaire, une relation linéaire entre la pression moyenne nette p et le déviateur q au moyen du coefficient de poussée au repos (K_0). Au-delà de cette limite élastique, le chemin de chargement tend de façon asymptotique vers la droite de la courbe de consolidation vierge. Alors, cette pente peut être décrite à l'aide de l'expression suivante:

$$q = [\eta_{oed} + (\eta_{elas} - \eta_{oed}) \exp(-Ax)] p \quad (5.1)$$

avec

$$\eta_{oed} = \frac{3(1 - K_0)}{1 + 2K_0} \quad (5.2)$$

$$\eta_{elas} = \frac{3(1 - 2\nu)}{1 + \nu} \quad (5.3)$$

Où ν est le coefficient de Poisson, A est un paramètre qui contrôle la pente du chemin de chargement et x est un incrément de chargement.

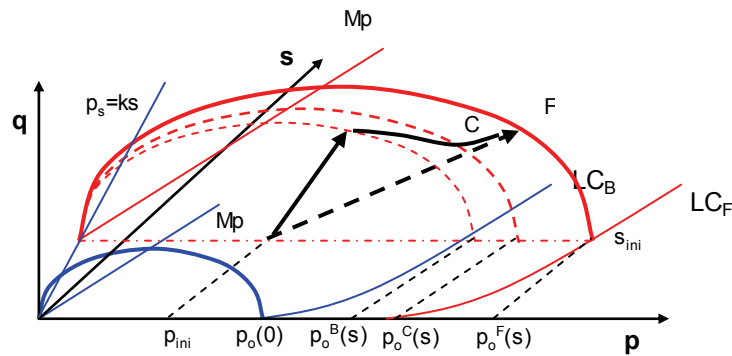


Figure 5-1: Chemin de chargement dans le plan p-q-s

5.2.2 Détermination des paramètres du modèle

Comme le modèle de Barcelone est basé sur les résultats expérimentaux, les paramètres sont déterminés à partir des résultats obtenus sur les essais oedométriques présentés dans le chapitre précédent. La Figure 5-2 présente le calage des paramètres de coefficient de gonflement (κ), coefficient de compressibilité plastique à succion nulle $\lambda(0)$. Les paramètres introduits pour simuler les essais oedométriques réalisés sur la craie d'Estreux, sont résumés dans le Tableau 5-1.

Tableau 5-1: Paramètres utilisés dans la simulation du modèle de Barcelone

$\lambda(0)$	κ	$\beta(1/\text{MPa})$	r	p_c (MPa)	$p_o(0)$ (MPa)	k	ϕ'
0,120	0,006	0,500	0,944	0,010	10,700	0,185	27

E (MPa)	ν	κ_s	λ_s	M
2399,4	0,19	0,00001	0,0002	1,069

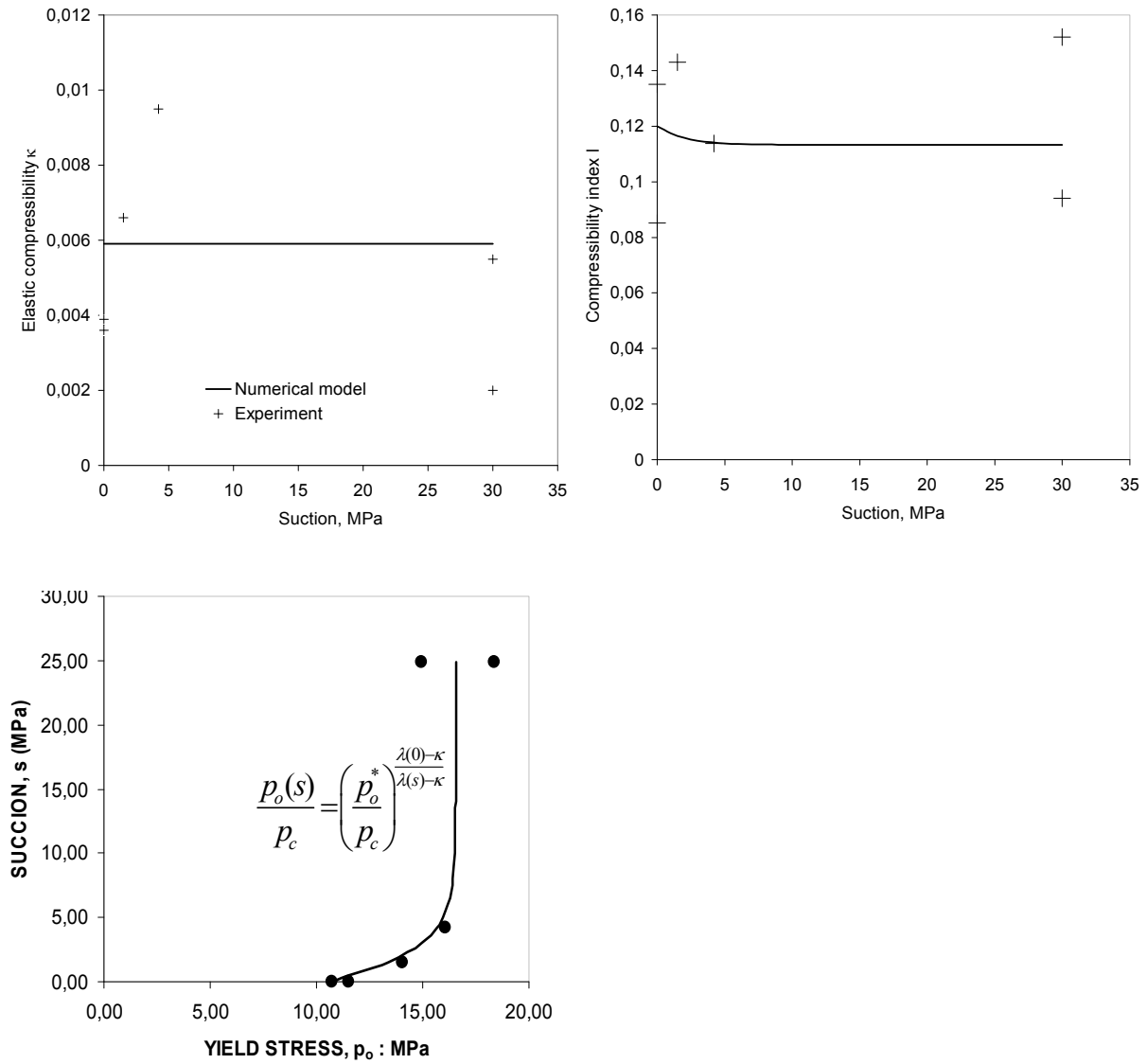


Figure 5-2: Calage des paramètres suivant le modèle de Barcelone

5.2.3 Simulations

La simulation des essais oedométriques à succions constantes est présentée dans la Figure 5-3. Sur cette figure, les indices des vides sont tracés en fonction de la contrainte verticale pour trois succions différentes: 30 MPa (état sec), 4,2 MPa et 0 MPa (état saturé). Le déchargement et rechargement ne sont pas simulés. Cependant, on observe sur cette figure une concordance satisfaisante entre la simulation et les résultats expérimentaux.

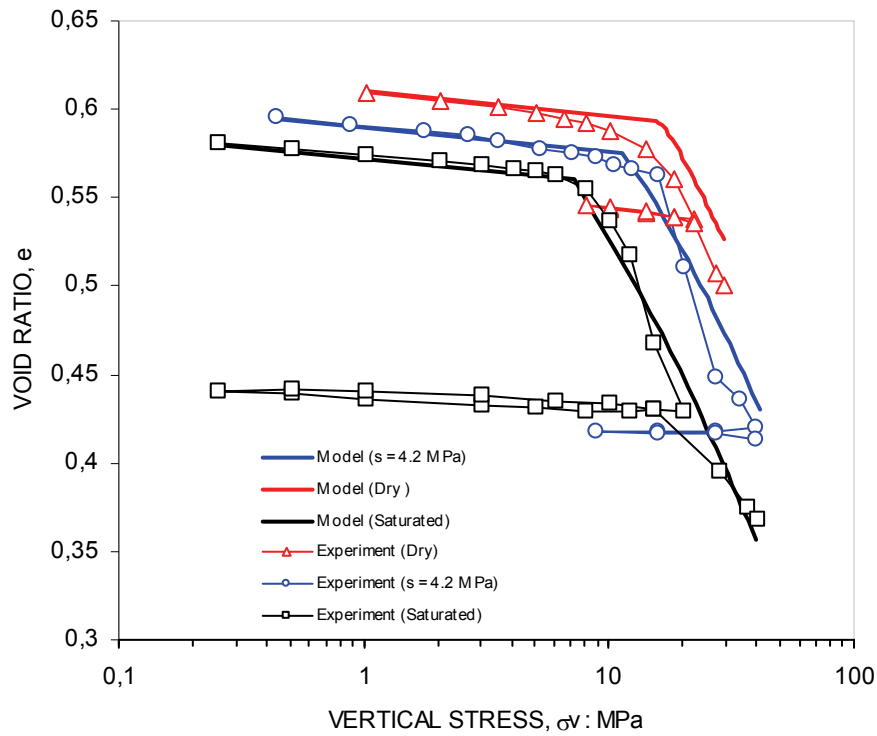


Figure 5-3: Simulations des essais oedométriques à succions constantes

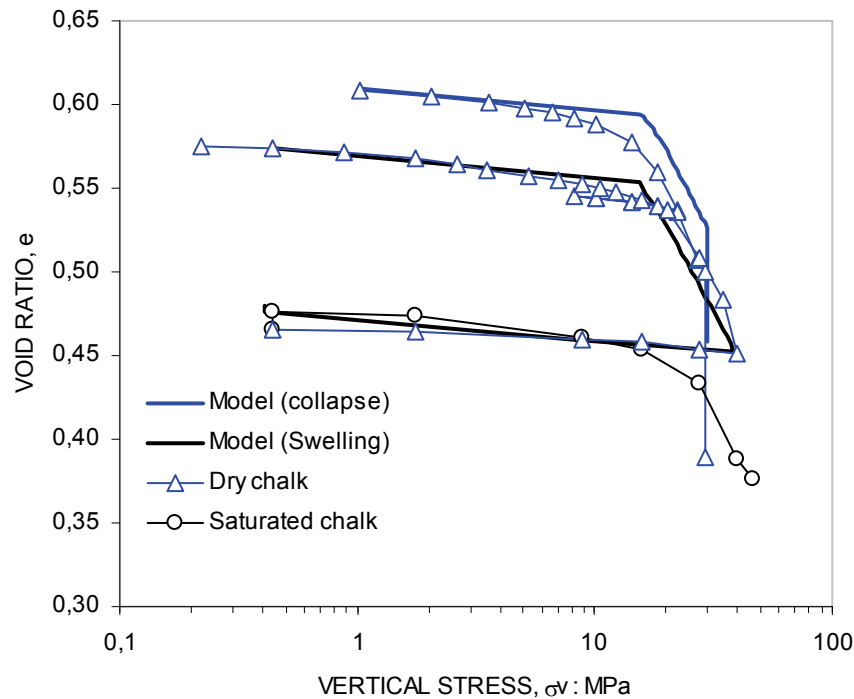


Figure 5-4: Simulation des essais d'effondrement et de gonflement lors de l'injection d'eau

Sous faible contrainte, la craie gonfle sous hydratation. Ce phénomène a été clairement montré d'une façon quantitative dans la formule de la déformation volumique élastique. Par contre, sous forte contrainte la craie s'effondre. Dans ce cas, la déformation irréversible

apparaît à cause de l'écrouissage par la succion. Afin d'intégrer ce phénomène important dans le modèle, on peut se baser sur l'expression ci-dessous:

$$d\varepsilon_v^p = -\ln\left(\frac{p_o}{p_c}\right) \frac{\lambda(0)\beta(1-r)}{v} \exp(-\beta s) ds \quad (5.4)$$

En fait, cette relation a été tirée à partir des deux équations de la loi d'écrouissage et le LC. Alors, la variation de déformation plastique a une concordance entre le Loading Collapse et l'écrouissage. Les résultats de cette simulation sont présentés sur la Figure 5-4. Ce modèle a permis de simuler l'effondrement et aussi le gonflement de deux essais secs soumis à l'injection d'eau au cours de l'essai.

5.2.4 Synthèse sur le modèle de Barcelone

On a utilisé le modèle de Barcelone pour simuler les phénomènes observés sur les essais oedométriques. Un bon accord qualitatif et quantitatif entre les résultats expérimentaux et numériques a été obtenu. L'effet de la succion est clairement reproduit. Comme prévu, basé sur l'expression de $\lambda(s)$ et sur le choix des paramètres constitutifs (Figure 5-2, Figure 5-3 et Figure 5-4), l'influence de la succion sur la compressibilité élastique de la craie est négligeable. Par d'ailleurs, il est à noter que l'effondrement sous humidification est qualitativement bien reproduit par ce modèle. Toutefois, l'amplitude de l'effondrement obtenu au cours de l'essai est de 1,5 fois supérieure à celle prévu par le modèle. L'origine de cet écart est probablement associée au comportement visqueux de la craie (De Gennaro et al., 2003, Priol et al., 2007).

5.3 Développement d'un modèle visco-hydromécanique

Une extension des formulations du modèle RASTRA (RAte of STRAin model) dans l'espace triaxial est ici proposée.

Rappelons que dans le modèle RASTRA, l'extension de loi d'écrouissage prenant en compte l'effet de la vitesse de déformation volumique ($\dot{\varepsilon}_v$) est basée sur le modèle Cam Clay modifié. La loi d'écrouissage est donc donnée par l'expression suivante:

$$p_0^* = p_{ro}(\dot{\varepsilon}_v) \exp\left(\frac{v}{\lambda(0) - \kappa} \varepsilon_v^{vp}\right) \quad (5.5)$$

Dans cette équation, l'influence de la vitesse de déformation volumique est introduite dans le paramètre p_{r0} (pression de référence) de façon analogue au traitement des couplages chimique

et thermique proposés dans les travaux de Coussy (2003) et de Laloui & Cekerevac (2003). Cette introduction est basée sur l'ensemble des résultats soumis à l'influence de la vitesse de chargement dans les travaux de Oldecop & Alonso (2003), Pasachalk (2004), Priol (2005), Priol et al. (2007), Oldecop & Alonso (2007), comme suit:

$$p_{ro}(\dot{\epsilon}_v) = p_{ro}^{ref} \left(\frac{\dot{\epsilon}_v}{\dot{\epsilon}_v^{ref}} \right)^{\alpha(s)} \quad (5.6)$$

Où:

p_{ro}^{ref} : pression de référence correspondant à la vitesse de déformation de référence

$\dot{\epsilon}_v^{ref}$: vitesse de déformation de référence

$\alpha(s)$: paramètre regroupant le couplage succion-fluage (Figure 5-5). Ce paramètre $\alpha(s)$ est proposé par une fonction linéaire de la succion:

$$\alpha(s) = \alpha(0) - bs \quad (5.7)$$

Où $\alpha(0)$ est la pente de la droite de limite élastique en fonction de la vitesse de déformation à l'état saturé et b est un paramètre.

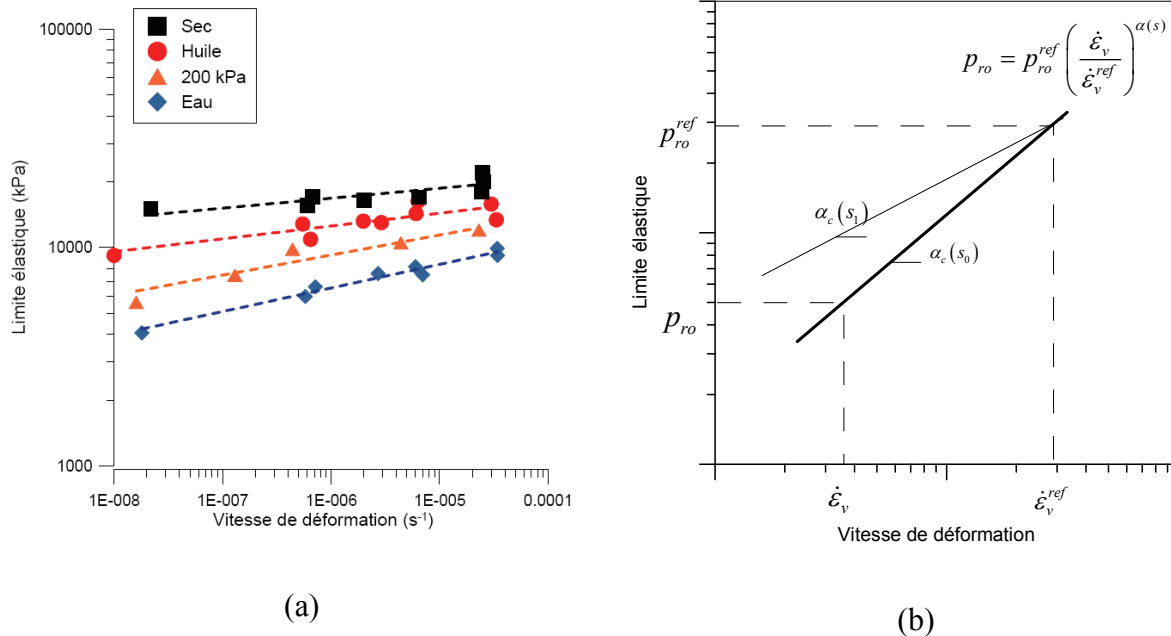


Figure 5-5 : Evolution de la limite élastique en fonction de la vitesse de déformation (Priol et al., 2007) (a), extension de la loi d'écrouissage (De Gennaro & Pereira, 2008) (b)

Grâce à ce couplage, ce modèle permet de prendre en compte l'effet de succion par l'intermédiaire du paramètre $\alpha(s)$ et l'effet du temps par la présence de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}_v$) définie dans la relation (5.5).

5.3.1 Comportement élastique

La partie élastique du comportement ne dépend pas de la vitesse de déformation, elle est définie par deux composantes dues à l'effet mécanique et hydrique:

$$d\varepsilon_v^e = d\varepsilon_v^{ec} + d\varepsilon_v^{es} \quad (5.8)$$

$$d\varepsilon_v^e = \frac{\kappa}{1+e} \frac{dp}{p} + \frac{\kappa_s}{1+e} \frac{ds}{s + p_{atm}} \quad (5.9)$$

$$d\varepsilon_s^e = \frac{1}{3G} dq \quad (5.10)$$

Dans cette formule, il s'agit des variations volumiques macroscopiques appliquées pour les sols non gonflants (Alonso et al., 1990).

5.3.2 Surfaces de charge

La surface de charge proposée est une combinaison de la courbe LC du modèle BBM avec l'extension définie par la relation (5.5). La « pression de préconsolidation », p_0 ou limite élastique est donc calculée comme suit :

$$p_0 = p_c \left[\frac{p_{ro}^{ref}}{p_c} \left(\frac{\dot{\varepsilon}_v}{\dot{\varepsilon}_v^{ref}} \right)^{\alpha(s)} \exp \left(\frac{v}{\lambda(0) - \kappa} \varepsilon_v^{vp} \right) \right]^{\frac{\lambda(0) - \kappa}{\lambda(s) - \kappa}} \quad (5.11)$$

L'équation (5.11) donne la limite élastique pour une succion quelconque. Avec cette équation, l'influence de la succion et de la vitesse de chargement sont prises en compte.

La surface de charge elliptique dans un plan (p , q) pour une succion donnée, est définie comme suit :

$$F = F[p, q, s, p_0^*(\varepsilon_v^p)] = q^2 - M^2(p + p_s)(p_0 - p) = 0 \quad (5.12)$$

$$F = q^2 - M^2(p + p_s) \left[p_c \left[\frac{p_{ro}^{ref}}{p_c} \left(\frac{\dot{\varepsilon}_v}{\dot{\varepsilon}_v^{ref}} \right)^{\alpha(s)} \exp \left(\frac{v}{\lambda(0) - \kappa} \varepsilon_v^{vp} \right) \right]^{\frac{\lambda(0) - \kappa}{\lambda(s) - \kappa}} - p \right] = 0 \quad (5.13)$$

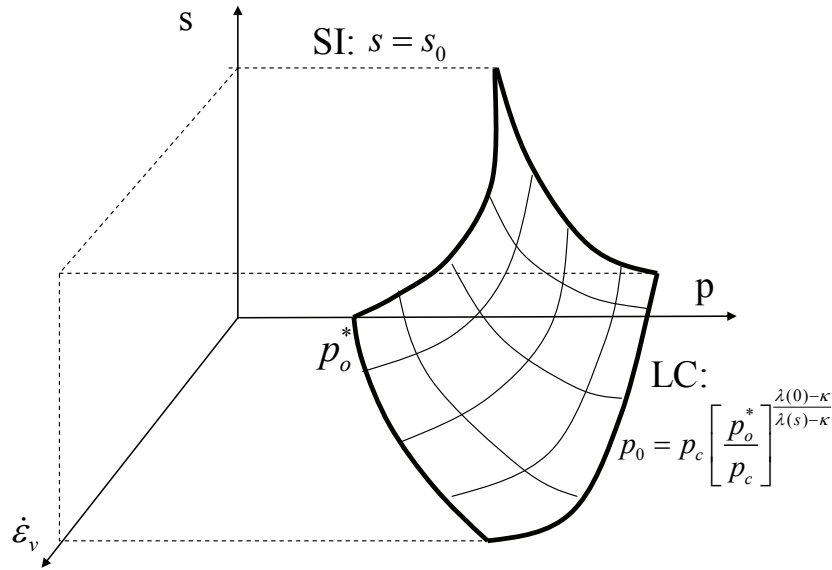


Figure 5-6 : Surfaces des charges (s-p- $\dot{\varepsilon}_v$)

La Figure 5-6 présente la combinaison de la surface de charge LC dans le plan s-p avec l'extension du modèle RASTRA dans l'espace s-p- $\dot{\varepsilon}_v$.

5.3.3 Déformation viscoplastique

La règle d'écoulement non associée est définie par l'équation suivante:

$$d\varepsilon^{vp} = d\lambda \frac{\partial G}{\partial \sigma} \quad (5.14)$$

La condition de consistance est donnée par:

$$dF = 0 \quad (5.15)$$

$$\rightarrow \frac{\partial F}{\partial q} dq + \frac{\partial F}{\partial p} dp + \frac{\partial F}{\partial s} ds + \frac{\partial F}{\partial p_0^*} \left(\frac{\partial p_0^*}{\partial \varepsilon_v^{vp}} d\varepsilon_v^{vp} + \frac{\partial p_0^*}{\partial \dot{\varepsilon}_v} d\dot{\varepsilon}_v \right) = 0 \quad (5.16)$$

A partir de la condition de consistance ci-dessus, on peut identifier le multiplicateur plastique $d\lambda$ comme suit:

$$d\lambda = \frac{1}{H} \left(\frac{\partial F}{\partial q} dq + \frac{\partial F}{\partial p} dp + \frac{\partial F}{\partial s} ds + \frac{\partial F}{\partial p_0^*} \frac{\partial p_0^*}{\partial \dot{\varepsilon}_v} d\dot{\varepsilon}_v \right) \quad (5.17)$$

avec le module d'écrouissage H:

$$H = - \frac{\partial F}{\partial p_0^*} \frac{\partial p_0^*}{\partial \varepsilon_v^{vp}} \frac{\partial G}{\partial \sigma} \quad (5.18)$$

Comme le modèle RASTRA est basé sur le modèle BBM, on a :

$$\frac{\partial G}{\partial \sigma} = \frac{\partial F}{\partial p} \frac{\partial p}{\partial \sigma} + \alpha \frac{\partial F}{\partial q} \frac{\partial q}{\partial \sigma} \quad (5.19)$$

Grâce aux relations (5.12) et (5.14), le comportement isotrope et déviatorique peuvent ensemble être décrit. Lorsque $dp=0$, $dq=0$ et $ds=0$, le fluage peut apparaître par la diminution de la vitesse de déformation ($d\dot{\epsilon}_v$) représentée dans l'expression (5.17).

5.4 Détermination des paramètres

Le modèle du comportement proposé dans le travail est basé sur les observations expérimentales des essais visco-hydromécaniques.

Tableau 5-2: Paramètre du modèle adopté pour la craie d'Estreux

Paramètres	Unité		
coefficient de compression plastique à succion nulle	$\lambda(0)$	-	0,12
coefficient de gonflement (élastique)	κ	-	0,002
compressibilité plastique sous augmentation de succion	λ_s	-	10^{-5}
coefficient de gonflement (élastique) sous diminution de succion	κ_s	-	10^{-4}
pression de référence	p_c	MPa	0,01
pente de la courbe d'état critique sur la plan p :q	M	-	1,069
coefficient de Poisson	ν	-	0,19
paramètre contrôlant l'augmentation de la cohésion avec la succion	k	-	0,185
coefficient de compression plastique minimale	r	-	0,944
paramètre contrôlant le taux de diminution de la compressibilité plastique	β	1/MPa	0,5
paramètres de référence liés à la vitesse de déformation	p_{ro}^{ref}	MPa	25
	$\dot{\epsilon}_v^{ref}$	1/s	3.10^{-5}
	$\alpha(s)$	-	0,247
	b	1/MPa	0,005

Au total quatorze paramètres sont introduits dans le modèle dont quatre sont ajoutés pour caractériser le comportement visqueux. Pour la craie d'Estreux, les paramètres sont calculés et présentés dans le Tableau 5-2. Il faut noter que les valeurs retenues dans ce tableau sont les valeurs moyennes sur l'ensemble des essais.

5.5 Validation du modèle

L'objectif de cette partie est de valider le modèle adopté sur divers chemins de sollicitations. Toutes les simulations présentées ici ont été réalisées à l'aide du logiciel Matlab en utilisant l'algorithme de Newton-Raphson.

5.5.1 *Essais isotropes*

Afin de valider le modèle adopté, on se concentre sur la simulation des essais isotropes. Les résultats de l'essai W1 sont utilisés. Il s'agit d'un essai isotrope saturé en eau, à vitesse de chargement constant égale à 10^{-3} MPa/s, équivalente à une vitesse de déformation $5.10^{-7}/s$ dans la simulation du modèle développé. La déformation volumique en fonction de la pression moyenne nette est simulée dans la Figure 5-7. Nous pouvons observer une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et la simulation. Néanmoins, il existe une dispersion remarquée sur la partie plastique. Ceci pourrait être expliqué par la difficulté de détermination d'écrouissage et le durcissement de la craie lors de l'augmentation du chargement.

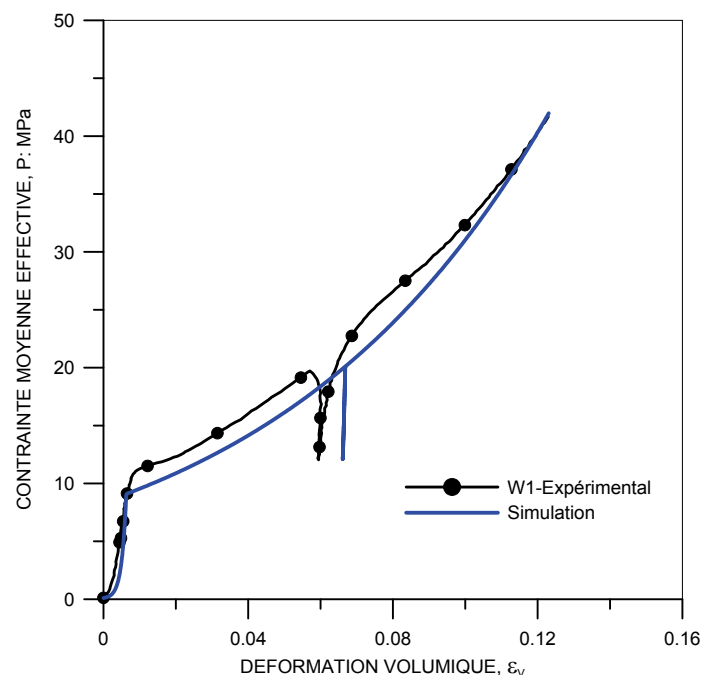


Figure 5-7: Simulation d'un essai saturé isotrope W1

Sur la Figure 5- 8, on montre la simulation des essais isotropes à trois états: sec, succion contrôlée et saturé (D1, S1 et W1). Il y a également un bon accord entre les résultats obtenus. Le fluage a été modélisé pour l'essai sec et succion.

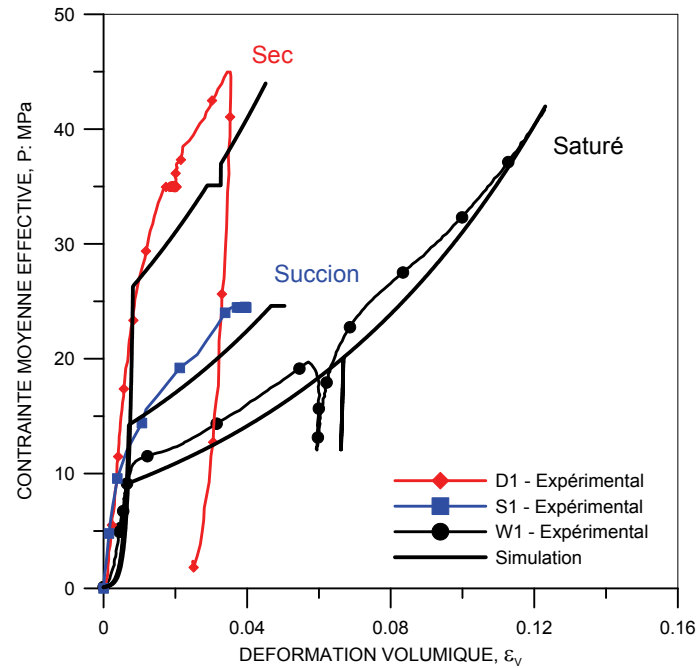


Figure 5- 8: Effet de la succion et du fluage sur le comportement isotrope

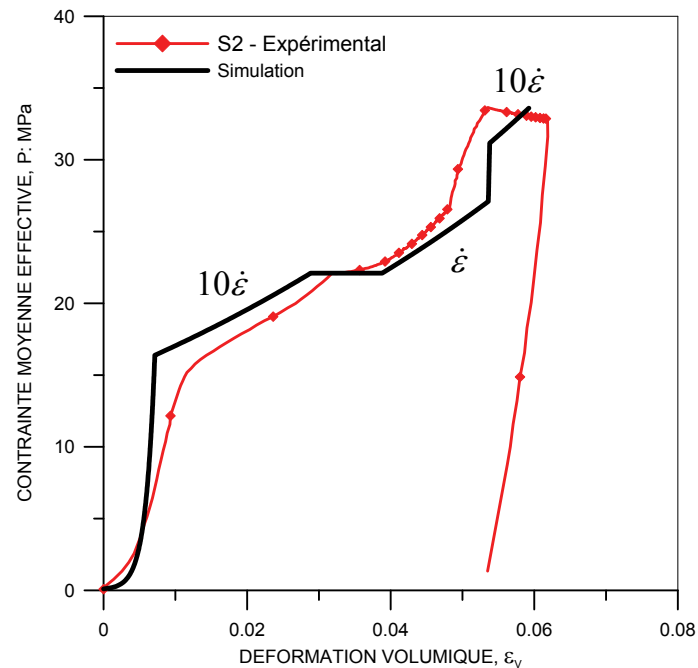


Figure 5-9: Effet de la vitesse de déformation sur le comportement isotrope, essai S2

Les simulations effectuées à différentes vitesses de chargement ($10 \dot{\epsilon}_v - \dot{\epsilon}_v - 10 \dot{\epsilon}_v$) sont reportées sur le Figure 5-9. Comme montré sur cette figure, les résultats des simulations de l'essai isotrope à succion 4,2 MPa sont bien reproduits par le modèle proposé. D'un point de vue quantitatif, les résultats de la simulation sont globalement satisfaisants et même très bons lors du changement de la vitesse de chargement. Ces simulations montrent bien que le modèle est capable de reproduire les effets de l'accroissement de la vitesse de déformation

5.5.2 Essais déviatoriques

Les simulations des essais déviatoriques sont présentées de la Figure 5-10 à la Figure 5-12. D'une façon générale, ces figures montrent un bon accord entre les prédictions du modèle et les résultats expérimentaux. Un meilleur calage de paramètres élastiques paraît nécessaire. Le modèle proposé décrit bien la dépendance du comportement de la pression de confinement (comportement fragile et ductile, entre les pressions de confinement de 2.1 MPa et 8.1 MPa). La pris en compte des effets de la succion a été bien simulée. En outre, il est à noter que la rupture ou le radoucissement après le pic du comportement fragile n'est pas pris en compte. On a obtenu un palier de contrainte de rupture constante.

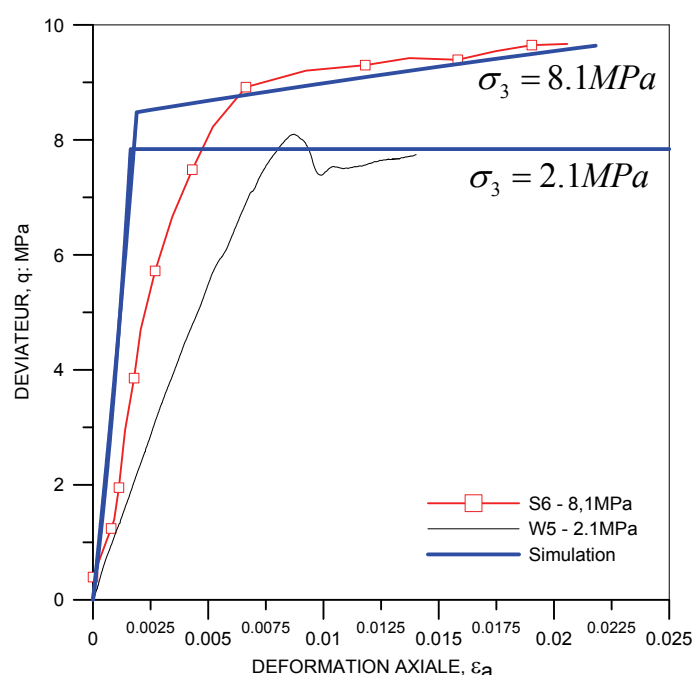


Figure 5-10: Simulation deux essais déviatoriques à faible confinement (W5) et à grand confinement (S6)

Sur la Figure 5-11 et Figure 5-12, l'effet de la vitesse de déformation a été bien pris en compte à faible et à fort confinement. L'augmentation de la limite d'élasticité avec la vitesse

de déformation est présentée dans la Figure 5-11. L'estimation des amplitudes de cet effet n'est pas satisfaisante (Figure 5-12). Aux grandes déformations, les résultats de la simulation ne sont pas satisfaisants car le comportement TESRA de la craie se produit avec une déstructuration.

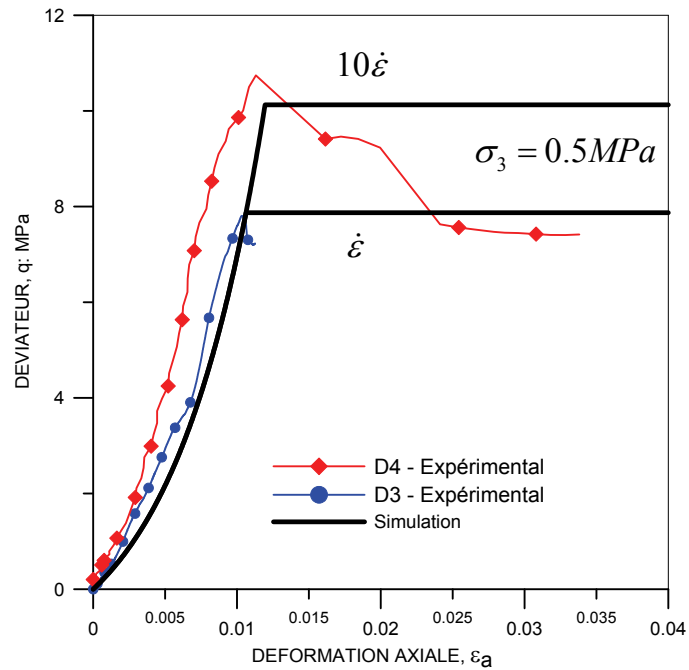


Figure 5-11: Effet de la vitesse de déformation sur le comportement déviatorique à faible confinement

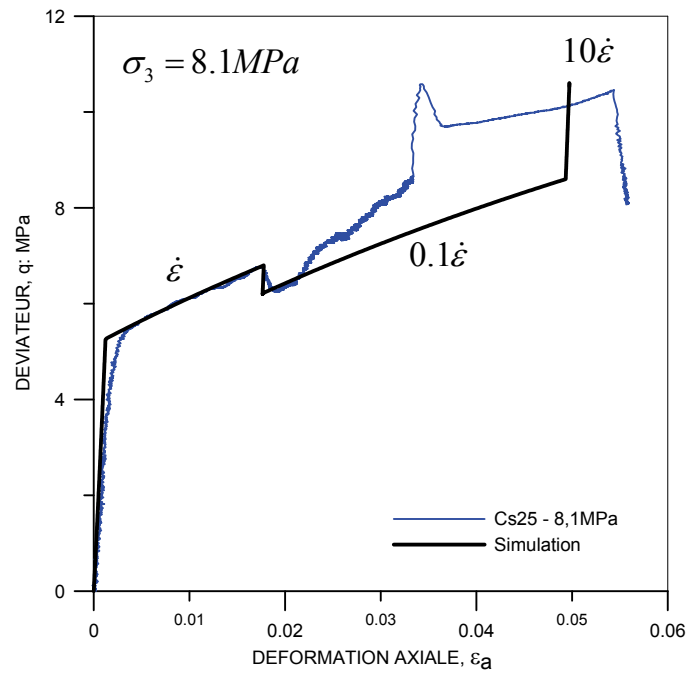


Figure 5-12: Effet de la vitesse de déformation sur le comportement déviatorique à grand confinement

5.6 Application au cas de la carrière souterraine

A l'issue de l'analyse des expériences à l'échelle microscopique et macroscopique au laboratoire, il est possible de proposer une interprétation de l'effondrement qui peut se produire *in situ*. D'une façon quantitative, la présence des deux effets (de l'eau et du temps) induit la perte de la résistance du massif rocheux:

- La diminution de la succion s'accompagne d'une diminution de la limite élastique du matériau. Cela est présenté par l'équation (5.11).
- L'augmentation de la vitesse de chargement rend le matériau plus résistant et plus fragile au moyen de l'équation (5.5)

Une représentation schématique de l'effondrement est présentée sur la Figure 5-13. Ce schéma de l'évolution de surface de charge est basé sur les résultats en laboratoire.

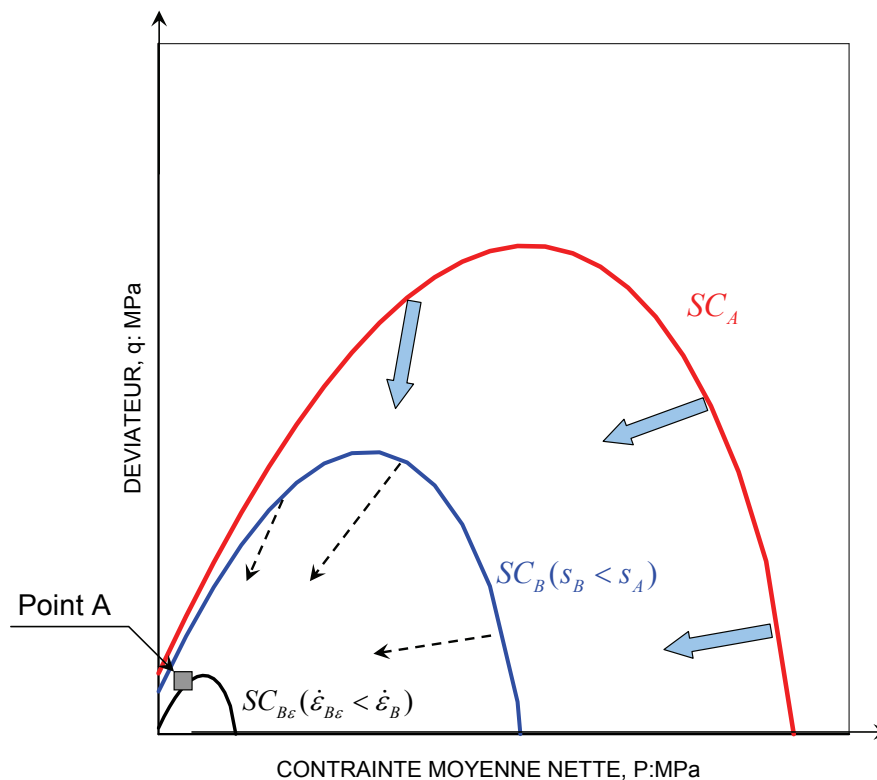


Figure 5-13: Schématisation de l'évolution de la surface de charge d'un point du pilier dans la carrière

Supposons qu'à l'instant t_i , l'état de contraintes d'un point P au pilier dans la carrière d'Estreux, se trouve au point A dans un certain état hydrique (succion s_A) et la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}_i$) correspondant à la surface de charge SC_A . Cette surface pourrait être

déterminée à partir des essais en laboratoire. Dû au changement climatique, par exemple la pluie, la succion dans le massif rocheux diminue. Alors, la surface de charge du point P passe de SC_A à SC_B avec la succion s_B ($s_B < s_A$).

Citons que la vitesse de chargement en laboratoire est de l'ordre de $10^{-7} s^{-1}$ alors qu'elle est de $10^{-12} s^{-1}$ au niveau *in situ* (mesurée par le convergencemètre situé au milieu de la chambre dans la carrière d'Estreux). En raison de l'effet du temps, la surface de charge du point P diminue donc de SC_B à SC_{Be} selon la relation (5.12). Cette diminution représente un passage « théorique » des résultats en laboratoire à ceux *in situ*.

C'est pourquoi, si le point A dans le plan (p, q) se trouve en dehors de la surface de charge SC_{Be} , la rupture du matériau aura lieu et par conséquent, l'effondrement dans la carrière se produit.

On peut constater que la réduction de la résistance (surface de charge) dans le cas réel n'est pas facile à déterminer. Elle dépend de plusieurs paramètres (la forme de la galerie, la contrainte *in situ*, conditions ambiantes, ...). En effet, notons que la résistance au laboratoire qu'on a déterminé est liée à la matrice rocheuse de la craie. Cette valeur est toujours supérieure à celle *in situ* par l'effet de l'échelle ou la présence de défauts (des microfissures, des pores, des failles ...) dans le massif rocheux. C'est principalement le nombre et la grandeur de ces défauts qui décident de la résistance mécanique du matériau. Cet effet d'échelle pour la résistance pourrait être présenté schématiquement sur la Figure 5-14. A l'aide de relations empiriques, Hoek et Brown ont été parmi les premiers auteurs à proposer des paramètres pour extrapoler les propriétés obtenues en laboratoire à l'échelle du massif rocheux. Ce critère de rupture s'exprime par la relation suivante:

$$\sigma'_1 = \sigma'_3 + \sigma_{ci} \sqrt{\frac{m\sigma'_3}{\sigma_{ci}}} + s \quad (5.20)$$

Où σ'_1 et σ'_3 sont respectivement les contraintes principales effectives majeure et mineure, σ_{ci} est la résistance en compression simple et m, s sont des paramètres dépendant du matériau avec $s = 1$ pour une roche intacte.

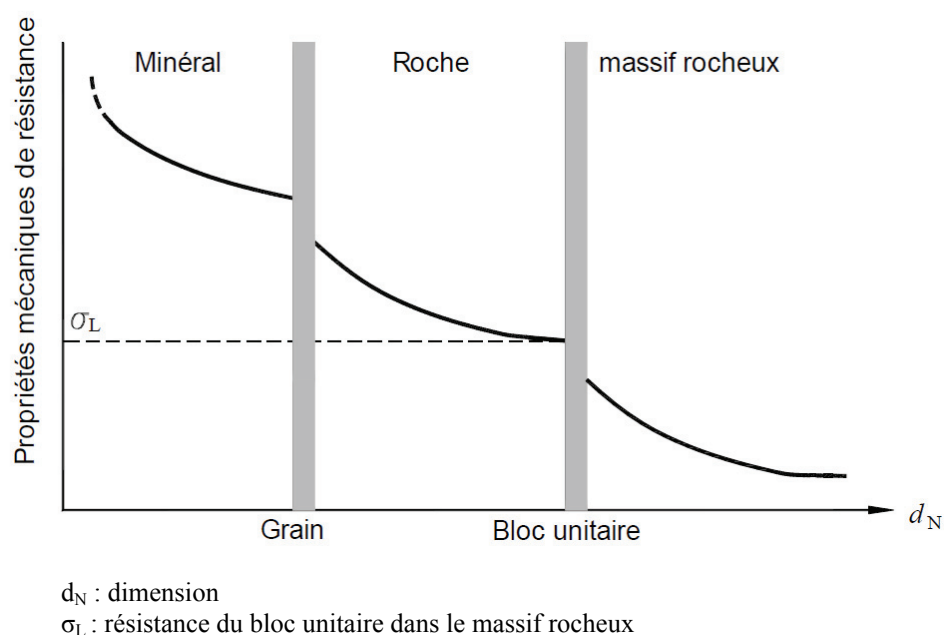


Figure 5-14 : Effet d'échelle du minéral au bloc unitaire de massif (Aubertin et al., 2000)

En plus, avec le temps, les effets physico-chimiques tels que les phénomènes de cristallisation/dissolution (Newman, 1983, Piau & Maury, 1994, Lord et al., 1998, Risnes & Flaageng, 1999) et de dissolution sous contrainte (Helleman et al., 2002a) deviennent de plus en plus prépondérants.

5.7 Conclusions

Le comportement hydromécanique de la craie a été simulé au moyen du modèle de Barcelone – BBM (Alonso et al., 1990) en prenant en compte le chemin de chargement pour l'essai oedométrique. Ce modèle élastoplastique a permis de simuler plusieurs observations expérimentales telles que le gonflement et l'effondrement associés à l'injection d'eau. Cependant, ce modèle ne peut pas prendre en compte l'effet du temps.

Un modèle du comportement viscohydromécanique a été proposé pour la craie à l'état non saturé. Ce modèle a été développé dans l'espace triaxial en se basant sur le modèle RASTRA (RATE of STRAIN model) présenté par De Gennaro & Pereira (2008) pour le comportement hydromécanique de la craie aux chargement isotrope. La détermination des paramètres a été réalisée en se basant sur les travaux dans le présent travail.

Le modèle adopté a été validé avec les résultats expérimentaux obtenus sur la craie d'Estreux. Il a permis de simuler à la fois l'effet de la succion et l'effet du temps.

Grâce à la pertinence du modèle proposé, l'effondrement dans la carrière souterraine a été analysé à partir de l'interprétation d'évolution de la surface de charge au laboratoire et in situ, soumis au changement climatique (humidification) et à l'effet du temps.

Les perspectives sont très vastes pour le développement de ce modèle:

- L'interaction entre les surfaces de charges dans l'espace $s-p-\dot{\epsilon}_v$. Une nouvelle surface de charge qui s'adapte mieux aux observations expérimentales.
- L'implantation du modèle de comportement dans un code de calcul adapté permettra d'aborder le problème de l'analyse de la stabilité des piliers dans la carrière souterraine.

Conclusions générales

Le travail de recherche présenté dans ce mémoire s'inscrit dans le cadre d'un programme de recherche associant l'équipe géotechnique (CERMES) de l'UR navier (Ecoles des Ponts, ParisTech) à la Direction des Risques du Sol et du Sous-Sol de l'INERIS. Ces études ont été menées dans le but de mieux comprendre des mécanismes physiques et physico-chimiques à l'origine de la perte ou diminution de résistance de certains massifs rocheux souterrains. Dans le contexte des carrières souterraines, le comportement mécanique de la craie doit être étudié en stricte relation avec la nature multiphasique de ce matériau, partiellement saturé d'eau et soumis à des cycles saisonniers d'imbibition et de drainage. Pour cette raison, nous proposons dans cette recherche, une approche multidisciplinaire dans la compréhension du comportement de la craie qui intègre l'étude des propriétés de rétention d'eau dans le matériau et l'analyse du couplage hydro-mécanique avec la prise en compte des effets du temps (fluage, effets hydrauliques et hydriques, vieillissement) à la fois à l'échelle du site, de l'échantillon et de la microstructure.

L'analyse des mesures du site a permis d'observer les changements saisonniers dans la galerie instrumentée qui se traduisent par des cycles saturation-désaturation, des variations de l'humidité relative, du niveau d'eau et de la pression interstitielle dans le massif. A l'heure actuelle, nous ne disposons pas encore de mesures relatives à une phase d'inondation dans la galerie. Il faudra attendre de pouvoir suivre des mesures afin de progresser dans la compréhension de l'évolution physico-chimico-mécanique du pilier.

L'analyse bibliographique a permis de mettre en évidence l'importance et la nécessité des recherches sur l'effet de l'eau et l'effet du temps sur le comportement de la craie. L'analyse des travaux existants a permis la mise en œuvre des connaissances acquises sur le couplage hydromécanique de la craie. Les techniques expérimentales du comportement hydromécaniques sont basées sur les concepts de sols non saturés. D'autre part, cette analyse montre la complexité de l'effet du temps de la craie à partir des différents types d'essai: fluage, relaxation et changement de la vitesse de déformation. C'est pourquoi, l'état de l'art effectué dans le cadre de ce travail a permis d'identifier des problèmes, des techniques expérimentales qui restent à étudier et à perfectionner dans ce contexte de la craie dans un état partiellement saturé.

Plusieurs techniques expérimentales ont été développées dans cette étude. On a d'abord mis au point un dispositif pour la technique de phase vapeur qui permet de suivre l'évolution de la déformation axiale et de la masse en continue. A l'aide de ce dispositif, la durée de l'essai de rétention d'eau est réduite et la quantification de la déformation de l'échantillon au cours de l'essai de rétention d'eau a été réalisée. Ensuite, une cellule triaxiale haute pression à succion contrôlée a été conçue spécifiquement au CERMES - ENPC pour l'étude du comportement de la craie. Cette cellule a permis de contrôler la succion par la technique de phase vapeur. Pour les études expérimentales microscopiques au MEBE, un protocole d'observation a été proposé. De plus, un système de contrôle de la température a été mis au point afin d'effectuer les essais à succion contrôlée par la cellule de compression/traction (Microtest) dans la chambre du MEBE. Ce développement est très original dans le MEBE.

Les résultats obtenus pour les propriétés de rétention d'eau de la craie d'Estreux sont en accord avec ceux existant dans la littérature. Ils montrent que la variation d'humidité relative dans la carrière entre 80 % et 100 % peut saturer/désaturer des massifs rocheux dans la galerie au moins à la surface des piliers. D'autre part, la déformation de cette craie due à l'absorption d'eau paraît négligeable.

Les essais hydromécaniques réalisés à l'état partiellement saturé en utilisant la cellule oedométrique et triaxiale ont confirmé l'effet de la succion et l'effet du temps sur le comportement de la craie. L'augmentation de la succion accroît le domaine élastique suivant un écrouissage positif hydrique dû à la succion. Comme la succion, l'effet de la vitesse de chargement provoque une expansion du domaine élastique avec l'augmentation de la vitesse de chargement. Cela représente un écrouissage quasi homothétique de la surface de charge au niveau de la succion et de la vitesse de chargement. Le phénomène TESRA s'est produit en raison de la déstructuration au sein de l'échantillon au grand cisaillement.

L'observation d'échantillons au MEBE a permis de mettre en évidence l'interaction eau-roche. Le mécanisme de transport en phase de saturation et de dépôt lors d'une phase de désaturation et le processus de carbonatation ont été mis en évidence. L'observation et l'analyse de bactérie ont confirmé la présence de flore de bactéries dans la craie, ce qui est responsable d'une dégradation lente de la craie. La reconstruction 3D par stéréophotogrammétrie a permis de quantifier ces modifications.

Le suivi d'observation de l'évolution dynamique de la microstructure sous la contrainte d'un échantillon sec montre un mécanisme de décohésion et un mécanisme de glissement relatif entre les grains qui se produisent à l'intérieur de l'échantillon puis se propagent en surface. Les résultats de l'effet de la vitesse de déformation à l'échelle microscopique présentent une bonne concordance avec ceux des essais oedométriques et triaxiaux.

La modélisation du comportement viscohydromécanique a été réalisée en proposant une extension du modèle De Gennaro & Pereira (2008). L'idée principale était d'ajouter à la pression de référence la vitesse de déformation volumique. Les résultats ont montré la pertinence de cette approche.

En perspective,

- Des développements du dispositif pour l'essai de rétention d'eau permettant de quantifier la déformation radiale de l'échantillon seraient envisageables.
- Un repère à l'échelle microscopique pour l'observation au MEBE est nécessaire afin de quantifier le champ morphologique absolu.
- Une amélioration du système de contrôle de la température dans la chambre du MEBE permettant de bien contrôler les différents niveaux de succion.
- L'ajout des essais triaxiaux pour caractériser davantage le comportement visqueux et le phénomène TESRA de la craie.
- L'ensemble des données expérimentales disponibles (*in situ* et en laboratoire) servira à définir un cadre théorique permettant de prendre en compte de façon appropriée le comportement différé des craies multiphasiques. L'implantation du modèle de comportement dans un code de calcul adapté permettra d'aborder le problème de l'analyse de la stabilité des carrières souterraines. Il est envisageable d'intégrer dans le modèle des autres couplages tels que thermique, chimique.

Références

- Addis, M. A. & M. E. Jones (1989). Mechanical behaviour and strain rate dependance of high porosity. Chalk. Proceeding of the International Chalk Symposium, London, Thomas Telford.
- Alonso, E. E., A. Gens & A. Josa (1990). "A constitutive model for partially saturated soils." *Géotechnique* **40**(3): 405-430.
- Andersen, M. A. (1995). "Petroleum research in North Sea chalk." *Joint chalk research* **5**: 47-153.
- Andersen, M. A. & N. Foged (1992). "The link between Waterflood - Induced Compaction and Rate-sensitive behaviour in a weak North Sea Chalk." Fourth North Sea Chalk Symposium, Deauville, France.
- Aubertin M., Li L., Simon R. (2000): A multiaxial stress criterion for short term and long term strength of isotropic rock media. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Science*. **37**, 1169-1193.
- Augustesen, A., M. Liingaard & P. V. Lade (2004). "Evaluation of time-dependent behavior of sils." *International Journal for Geomechanics* **4**(3): 137-156.
- Auvray, C. (2003). "Vieillissement et comportement rhéologique du gypse." Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine: 265.
- Auvray, Ch., Homand, F. & Sorgi, C. (2004). The aging of gypsum in underground mines. *Eng. Geology* **74**, 183 - 196
- Benaija, E. H. (1992). "Application de la stéréophotogrammétrie au béton: cas de la compression simple." Thèse à l' Ecole Nationale des Ponts et Chaussées: 11-19.
- Bernier, F., G. Volckaert, E. E. Alonso & M. Villar (1997). "Suction-controlled experiments on Boom clay." *Engineering Geology* **47**: 325-338.
- Bjerrum, L. (1967). "Engineering geology of Norwegian normally-consolidated marine clays as related to settlement of buildings." *Géotechnique* **14**: 81-118.
- Boivin, D., J. L. Pouchou, M. Poulain, P. Beauchene, M. H. Rittii, G. Besneray & F. Vignon (2002). "Reconstruction 3D de la surface d'une sous-couche à partir de paires d'images

stéréoscopiques en MEB." Journée Scientifique Barrières thermiques, ONERA 23 mai 2002, : 27-32.

Bonvallet, J. (1979). "Une classification géotechnique des craies du nord utilisée pour l'étude de stabilité des carrières souterraines." *Revue Française de Géotechnique* **8**: 5-15.

Bordas, S., P. V. Nguyen, C. Dunant, A. Guidoum & H. Nguyen-Dang (2007). "An extended finite element library." *International Journal for Numerical Methods in Engineering*.

Bornert, M., Vales, F., Gharbi, H., Nguyen Minh, D. (2008) Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks, Photomechanics 2008, Loughborough, England (G)

Brignoli, M., F. J. Santarelli & C. Righetti (1994). "Capillary phenomena in an impure chalk." *Eurock* **94** SPE.

Burland, J. B. (1990). Preface. Chalk. Proceeding of the International Chalk Symposium, 1989, London, Thomas Telford.

Clayton, C. R. I. (1983). "The influence of diagenesis on some index properties of chalk in engineering." *Géotechnique* **33**: 225-241.

Collin, F., Y. J. Cui, C. Schroeder & R. Charlier (2002). "Mechanical behaviour of Lixhe chalk partly saturated by oil and water: experiment and modelling." *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* **26**: 897-924.

Combes, R., M. Robin, G. Blavier, M. Aidan & F. Degreve (1998). "Visualization of imbibition in porous media by environmental scanning electron microscopy: application to reservoir rocks." *Journal of Petroleum Science and Engineering* **20**: 133-139.

Coussy, O. (2003). "Poromechanics." John Wiley & Son Ltd.

Cui, Y. J., P. Delage & P. Alzoghbi (2003). "Retention and transport of a hydrocarbon in a silt." *Geotechnique* **53**(1): 83-91.

Dahou, A. (1995). Contribution à l'étude du comportement élasto-viscoplastique d'une craie poreuse. Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille.

- Dahou, A., J. F. Shao & M. Bederiat (1995). "Experimental and numerical investigations on transient creep of porous chalk " *Mechanics of Materials* **21**(2): 147-158.
- De Gennaro, V., P. Delage, Y.-J. Cui, C. Schroeder & F. Collin (2003). "Time-dependent behaviour of reservoir chalk: a multiphase approach." *Soils and Foundations* **43**: 131-147.
- De Gennaro, V., P. Delage, G. Priol & J. V. Candel-Hernandis (2004). "Caractérisation du comportement hydro-mécanique de la craie de la carrière dite d'Estreux." *Rapport de recherche ENPC-INDERIS*: 32.
- De Gennaro, V., P. Delage, G. Priol, F. Collin & Y. J. Cui (2004). "On the collapse behaviour of oil reservoir chalk." *Géotechnique* **54**(6): 415-420.
- De Gennaro, V. & J. M. Pereira (2008). Viscoplastic modelling of partially saturated geomaterials. The 12th International Conf. of IACMAG, India.
- Delage, P., G. P. R. Suraj De Silva & T. Vicol (1992). "Suction controlled testing of non saturated soils with an osmotic consolidometer." 7th Int. Conf. Expansive Soils, Dallas: 206-211.
- Delage, P., C. Schroeder & Y. J. Cui (1996). Subsidence and capillary effects in Chalk. Eurock 96, Prediction and performance on rock mechanics and rock engineering, Turin, Italy.
- Delage, P., M. D. Howat & Y. J. Cui (1998). "The relationship between suction and swelling properties in a heavily compacted unsaturated clay." *Engineering Geology* **50**: 31-48.
- DiBenedetto, H., F. Tatsuoka & M. Ishihara (2002). "Time-dependent shear deformation characteristics of sand and their constitutive modelling." *Soils and Foundations* **42**(2): 1-22.
- Dineen, K. & J. B. Burland (1995). "A new approach to osmotically controlled oedometer testing." *Proc. 1st Int. Conf on Unsaturated Soils UNSAT'95*, Paris: 459-465.
- Donald, M., C. He, C. P. Royall, M. Sferrazza, N. A. Stelmashenko & B. L. Thiel (2000). "Applications of environmental scanning electron microscopy to colloidal aggregation and film formation." *Physicochem. Eng. Aspects* **174**: 37-53.

Doremus, C. (1978). "Les craies du nord de la France - Corrélations entre la lithostratigraphie, la microstructure et les propriétés mécaniques." Thèse de Doctorat de l'Université des Sciences et Techniques de Lille.

Ebert, M., M. Inerle-Hof & S. Weinbruch (2002). "Environmental scanning electron microscopy as a new technique to determine the hygroscopic behaviour of individual aerosol particles." *Atmospheric Environment* **36**: 5909-5916.

Engstrom, F. (1992). "Rock mechanical properties of Danish North Sea chalk." 4th North Sea Chalk Symposium, Deauville.

Esteban Moratilla, F. (1990). Caracterización experimental de la expansividad de una roca evaporítica. Identificación de los mecanismos de hinchamiento. Thèse de doctorat, Universidad de Cantabria: 352.

Fredlund, D. G. & H. Rahardjo (1993). *Soils mechanics for unsaturated soils*. New York, John Wiley & Sons, Inc.

Gourri, A. (1991). Contribution à l'étude de l'influence des conditions de drainage sur les propriétés poroélastiques des roches carbonatées. Thèse de doctorat, Université J. Fourier Grenoble.

Graham, J., J. H. A. Crooks & A. L. Bell (1983). "Time effects on the stress-strain behaviour of natural soft clays." *Géotechnique* **33**(3): 327-340.

Gutierrez, M., L. E. Oino & K. Hoeg (2000). "The effect of fluid content on the mechanical behavior of the fractures in chalk." *Rock mechanics and rocks engineering* **33**(2): 93-117.

Hazebrouck, R. & B. Duthoit (1979). "Particularités du comportement mécanique des craies : rôle de l'eau- rupture sous contrainte hydrostatique." *Revue Française de Géotechnique* **8**: 45-51.

Hellemann, R., P. J. N. Renders, J. P. Gratier & R. Guiguet (2002a). "Experimental pressure solution compaction of chalk in aqueous solutions, Part 1- Deformation behaviour and chemistry." *Water-rock interactions, ore deposits and environmental geochemical: A tribute to David A. Crerar; The Geochemical Society* **7**: 129-152.

- Helleman, R., P. Gaviglio, P. J. N. Renders, J. P. Gratier, S. Békri & P. Adler (2002b). "Experimental pressure solution compaction of chalk in aqueous solution. Part 2. Deformation examined by SEM, porosimetry, synthetic permeability and X-ray computerized tomography." *Water-rock interactions, ore deposits and environmental geochemistry: A tribute to David A. Crerar*; The Geochemical Society: 153-178.
- Hickman, R. J. & M. S. Gutierrez (2007). "Formulation of a three-dimensional rate-dependent constitutive model for chalk and porous rocks." *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* **31**(4): 583-605.
- Homand, S., J. F. Shao & C. Schroeder (1998). Plastic modelling of compressible porous chalk and effect of water injection, Trondheim, Norway, Soc Pet Eng (SPE), Richardson, TX, USA.
- Homand, S. (2000). Comportement mécanique d'une craie très poreuse avec prise en compte de l'eau: de l'expérience à la simulation. Thèse de doctorat. Université des Sciences et Technologies de Lille.
- Homand, S. & J. F. Shao (2000). "Mechanical behaviour of a porous chalk and effect of saturating fluid." *Mechanics of Cohesive-frictional Materials* **5**(7): 583-606.
- Hu, R. L., Z. G. Yue, L. G. Tham & L. C. Wang-Uni (2005). "Digital Image Analysis of Dynamic Compaction Effects on Clay Fills." *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering/ASCE/November 2005*: 1411-1422.
- Kassiff, G. & A. BenShalom (1971). "Experimental relationship between swell pressure and suction." *Géotechnique* **21**: 245-255.
- Kim, Y. T. & S. Leroueil (2001). "Modelling the viscoplastic behaviour of clays during consolidation: application to Berthierville clay in both laboratory and field conditions." *Can. Geotech. J.* **38**(3): 484-497.
- Knut, O. K. & M. Jennings-Hamlin (1996). "Observation of microcracking in cement paste upon drying and rewetting by environmental scanning electron microscopy." *Advn. Cem. Bas. Mat.*: 14-19.

- Kornes, R. I., E. Wersland, T. Austad, M.V. Madland (2008). "Anisotropy in chalk studied by rock mechanics" *Journal of Petroleum Science and Engineering* **60**: 28-35.
- Laloui, L. & C. Cekerevac (2003). "Thermo-plasticity of clays: An isotropic yield mechanism." *Computers and Geotechnics* **30**(8): 649-660.
- Le, T. T. (2008). Comportement thermo-hydro-mécanique de l'argile de Boom. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées: p227.
- Leddra, M. J. & M. E. Jones (1989). Steady-state flow during undrained loading of chalk. Chalk. Proceeding of the International Chalk Symposium, London, Thomas Telford.
- Lemaitre, J. & J. L. Chaboche (1985). *Mécanique des matériaux solides*. Paris, Dunod.
- Leong, E. C. & H. Rahardjo (2002). Soil-water characteristic curves of compacted residual soils. UNSAT 2002, Brésil.
- Leroueil, S., M. Kabbaj, F. Tavenas & R. Bouchard (1985). "Stress strain strain -rate relation for comporessibility of sensitive natural clays." *Géotechnique* **35**(2): 159-180.
- Leroueil, S. (2006). The isotach approach. Where are we 50 years after its development by Prof. Suklje? Proceeding of the 13th Danube-Enropean Conf. on Geotechnical Engineering, Ljubljana.
- LeRoux (1973). "Texture et comportement des craies." *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées* **V**: 49-56.
- Likos, W. J. & N. Lu (2003). "Automated humidity system for measuring total suction characteristics of clay." *Geotechnical Testing Journal* **26**(2).
- Likos, W. J. (2004). "Measurement of crystalline swelling in expansive clay." *Geotechnical Testing Journal* **27**(6): 540-546.
- Lo Presti, D. C. F., M. Barla, O. Pallara, A. Plescia & A. Grigore (1998). Development and use a triaxial cell for soft rocks. Proceedings of the 2nd International Symposium on Hard Soils Soft Rocks, Napoli.
- Loiseau, C. (2001). Transferts d'eau et couplages hydromécaniques dans les barrières ouvragées. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

- Lord, C. J., C. L. Johlman & D. W. Rhett (1998). "Is capillary suction a viable cohesive mechanism in Chalk." Eurock 98, Trondheim.
- Lord, J. A., C. R. I. Clayton & R. N. Mortimore (2002). Engineering in chalk. Londres, CIRIA.
- Marcial, D. (2003). Comportement hydromécanique et microstructural des matériaux de barrière ouvragée. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Masson, M. (1973). "Pétrophysique de la craie." Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées **V**: 23-48.
- Mata, C. (2001). Etude expérimentale et modélisation mécanique des effets du balayage à l'eau dans une craie saturée d'huile. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées: p165.
- Matthews, M. C. & C. R. I. Clayton (1993). Influence of intact porosity on the engineering properties of a weak rock. Geotechnical Engineering of hard soils - soft rocks, Rotterdam.
- Mesri, G. (1973). "Coefficient of Secondary Compression." Journal of Soil Mechanics and Foundations Division, ASCE **99**: 123-137.
- Mikolajczak, A., G. Pecqueur & J. M. Siwak (1995). "Etude comparative de quatre modèles applicables à des craies blanches." Colloquium mundanum, Craie et Schistes, Bruxelles: 80-89.
- Monjoie, A. & C. Schroeder (1989). Caractéristiques mécaniques des craies du Crétacée supérieur. Journée craie, Comité Français de mécanique des roches, Lille.
- Montes-H, G. (2002). "Etude expérimental de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'image." Thèse à l'Université Louis Pasteur de Strasbourg: 162p.
- Montes-H, G. (2005). "Swelling-shrinkage measurements of bentonite using coupled environmental scanning electron microscopy and digital image analysis." Journal of Colloid and Interface Science **284**(1): 271-277.

- Mortimore, R. N. (1989). Chalk or chalk?. Chalk. Proceeding of the International Chalk Symposium, London, Thomas Telford.
- Msouti, M. F., J. C. Blivet & D. Levavher (1997). Comportement au fluage des géotextiles en renforcement mécanique. Paris.
- Multon, J. L., H. Bizot & G. Martin (1991). "Chapitre 1: Mesure de l'eau absorbée dans les aliments." Technique d'analyse et de contrôle dans les industrie agro-alimentaires, Editions Technique et Documentation 4: 1-63.
- Newman, G. H. (1983). "The effect of water chemistry on the laboratory compression and permeability characteristic of North Sea Chalks." J. Petr. Tech. 35: 976-980.
- Nguyen, H. D., V. De Gennaro, P. Delage & C. Sorgi (2008). "Retention and compressibility properties of a partially saturated mine chalk." First European Conference on Unsaturated Soils, Durham.
- Oldecop, L. A. & E. E. Alonso (2003). "Suction effects on rockfill compressibility." Géotechnique 53(2): 289-292.
- Oldecop, L. A. & E. E. Alonso (2007). "Theoretical investigation of the time-dependent behaviour of rockfill." Géotechnique 57(3): 289 - 302.
- Papamichos, E., M. Brignoli & F. J. Santarelli (1997). "An experimental and theoretical study of a partially saturated collapsible rock." Mechanics of Cohesive-frictional Materials 2: 251-278.
- Pasachalk 1 (2001). "Mechanical Behavior of Partially Multiphase Saturated Chalks Fluid-Skeleton Interaction: Main Factor of Chalk Oil Reservoirs Compaction and Related Subsidence. Publishable Final report, European Joule III contract N° JOF3CT970033: 80 pp.
- Pasachalk 2 (2004). "Mechanical Behavior of Partially Multiphase Saturated Chalks Fluid-Skeleton Interaction: Main Factor of Chalk Oil Reservoirs Compaction and Related Subsidence-Part 2, Final Report, EC Contract ENK6-2000-00089."
- Piau, J. M. & V. Maury (1994). "Mechanical effects of water injection in chalk reservoirs." Eurock 94 SPE: 819-828.

- Plischke, B. (1994). Finite element analysis of compaction and subsidence experience gained from several chalk fields, Delft, Neth, A.A. Balkema.
- Priol, G. (2005). Comportement mécanique différé et mouillabilité d'une craie pétrolifère. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Priol, G., V. De Gennaro, P. Delage & T. Servant (2007). Experimental investigation on the time dependent behavior of a multiphase chalk. Springer Proc. Physics 112.
- Raffoux, J. F. & C. Ervel (1980). "Stabilité générale de la carrière souterraine d'Estreux." Rapport CERCHAR référencé CTO-CE/JS 80-76-2510/01: 8.
- Raymond, G. P. & H. E. Wahls (1976). "Estimating One-Dimensional COnsolidation, Including Secondary Compression of Clay Loaded from Overconsolidated to Normally Consolidated State." Special report **163**, Transportation Research Board: 17-23.
- Risnes, R. & O. Flaageng (1999). "Mechanical Properties of Chalk with Emphasis on Chalk-Fluid Interactions and Micromechanical Aspects." Oil & Gas Science and Technology **54**(6): 751-758.
- Risnes, R., H. Haghighi, R. I. Kornes & O. Natvik (2003). "Chalk-fluid interactions with glycol and brines." Tectonophysics **370**(2): 213-226.
- Risnes, R., M. V. Madland, M. Hole & H. K. Kwabiah (2005). "Water weakening of chalk - Mechanical effects of water-glycol mixtures." Journal of Petroleum Science and Engineering **48**: 21-36.
- Romero, E. (1999). Characterisation and Thermo-Hydro-Mechanical behaviour of unsaturated Boom clay: an experimental study, Universitat Polytècnica de Catalunya.
- Saiyouri, N., P. Y. Hicher & D. Tessier (1998). Microstructural analysis of highly compacted clay swelling. Dans Proceedings of the 2nd International Conference on Unsaturated Soils, Beijing.
- Saiyouri, N., P. Y. Hicher & D. Tessier (2000). "Microstructural approach and transfer water modelling in highly compacted unsaturated swelling clays." Mechanics of Cohesive-Frictional Materials **5**(1): 41-60.

Schneider, A. (1960). "Neue Diagramme zur Bestimmung der relativen Luftfeuchtigkeit über gesättigten wässrigen Salzlösungen und wässrigen Schwefelsäurelösungen bei verschiedenen Temperaturen." Zeitschrift HOLZ als Roh- und Werkstoff **18**: 269-272.

Schroeder, C. (1995). Le "Pore Collapse": aspect particulier de l'interaction fluide-squelette dans les craies? Colloque International du Groupement Belge de Mécanique des Roches-Chalk and Shales.

Schroeder, C. (2002). Du coccolithe au réservoir pétrolier. Approche phénoménologique du comportement mécanique de la craie en vue de sa modélisation à différentes échelles. Thèse de Doctorat en Sciences Appliquées, Université de Liège.

Senfaute, G., D. Amitrano, F. Lenhard & J. Morel (2005). "Etude en laboratoire par méthodes acoustiques de l'endommagement des roches de craie et corrélation avec des résultats *in situ*." Revue Française de Géotechnique **110**: 9-18.

Shao, J. F. & J. P. Henry (1991). "Development of an elastoplastic model for porous rock" International Journal of Plasticity **7**: 1-13.

Shao, J. F., M. Bederiat & C. Schroeder (1994). "Elasto-viscoplastic modelling of a porous chalk." Mechanics Research Communications **21**(1): 63-75.

Siwak, J. M., G. Pecquer & A. Mikolajczak (1994). Behaviour of chalks. Eurock 94, Rock Mechanics in Petroleum Engineering, Netherlands.

Sorgi, C. (2004). "Contribution méthodologique et expérimentale à l'étude de la diminution de la résistance des massifs rocheux par vieillissement." Rapport final BCRD/ INERIS: 132.

Sorgi, C. & V. De Gennaro (2006). "ESEM analysis of chalk microstructure submitted to hydromechanical loading." Comptes Rendus Geosciences **339**: 468-481.

Stockes, D. J. & A. M. Donal (2000). "In situ mechanical testing of dry and hydrated breadcrumb in the environmental scanning electron microscope (ESEM)." Journal of Materials Science **35**: 599-607.

Suklje, L. (1957). The analysis of the consolidation process by the isotache method. Proceeding of the 4th International Conference on Soil Mechanic and Foundation Engineering, London.

Sultan, N. (1997). Etude du comportement thermo-mécanique de l'argile de Boom: expérience et modélisation. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

Sultan, N., P. Delage & Y. J. Cui (2000). "Comportement thermomécanique de l'argile de Boom." C. R. Acad. Sci. Paris T.328 (Série II b): 457-463.

Talesnick, M. L., Y. H. Hatzor & M. Tsesarsky (2001). "The elastic deformability and strength of a high porosity, anisotropic, chalk." International Journal for Rock Mechanics and Mining Sciences **38**: 543-555.

Tang, A.-M. (2005). Effet de la température sur le comportement des barrières de confinement. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

Tatsuoka, F., F. Santucci de Magistris, K. Hayano, J. Koseki & Y. Momoya (2000). "Some new aspects of time effects on the stress strain behaviour of stiff geomaterials." Proceedings International Conference on the geotechnics of hard soils-soft rocks: 1285-1371.

Tatsuoka, F., M. Ishihara, H. DiBenedetto & R. Kuwano (2002). "Time-dependent deformation characteristics of geomaterials and their simulation." Soils and Foundations **42**(2): 103-129.

Tatsuoka, F. (2007). Inelastic deformation characteristics of geomaterial.

Thiel, B. L. & A. M. Donal (1998). "In situ Mechanical Testing of Fully Hydrated Carrots (*Daucus carota*) in the Environmental SEM." Annals of Botany **82**: 727-733.

Vaid, Y. P. & R. G. Campanella (1977). "Time-dependent behavior of undisturbed clay." American Society of Civil Engineers, Journal of the Geotechnical Engineering Division **103**(7): 693-709.

Villar, M. V. (1999). "Investigation of the behavior of bentonite by means of suction-controlled oedometer tests." Engineering Geology **54**: 67-73.

Wasmer, C. (1988). "Pratique de l'hygrométrie : Notions fondamentales et utilisation des diagrammes." Edited by Elcowa, France.

Wei, Q., Y. Liu, X. Wang & F. Huang (2006). "Dynamic studies of polypropylene nonwovens in environmental scanning electron microscope." Polymer Testing **26**: 2-8.

Wheeler, S. J., D. Gallipoli & M. Karstunen (2002). "Comments on use of the Barcelona Basic Model of unsaturated soils." *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* **26**: 1561-1571.

Williams, J. & C. F. Shaykewich (1969). "An evaluation of polyethylene glycol (PEG) 6000 and PEG 2000 in the osmotic control of soil water matric potential." *Canadian Journal of Soil Science* **102**(6): 394-398.

Xie, S. (2005). Contribution à l'étude du comportement mécanique d'une roche poreuse. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille.

Yin, J. H. (1999). "Non-linear creep of soils in oedometer tests." *Géotechnique* **49**(5): 699-707.